FORESTRY FIELD AND LABORATORY MANUAL FOR HERBICIDE RESIDUE SAMPLING, SAMPLE PROCESSING AND REPORTING.

FPM-X-72

JOSEPH C. FENG AND HERBERT D. KLASSEN

FOREST PEST MANAGEMENT INSTITUTE
GOVERNMENT OF CANADA
CANADIAN FORESTRY SERVICE
1219 QUEEN STREET EAST
P.O. BOX 490
SAULT STE. MARIE, ONTARIO
P6A 5M7

1986

© Minister of Supply and Services Canada, 1986

Catalogue No: Fo46-16/72E

ISSN: 0704-772X

ISBN: 0-662-15125-9

Additional copies of this publication are available free of charge from:

Information Services
Forest Pest Management Institute
Canadian Forestry Service
Agriculture Canada
P.O. Box 490
Sault Ste. Marie, Ontario
CAnada, P6A 5M7

Cette publication est aussi disponible en français sous le titre *Manuel des pratiques de foresterie sur le terrain et en laboratoire pour le prélèvement, le traitement et l'enregistrement d'échantillons de résidus d'herbicides.*

TABLE OF CONTENTS

	Page
TABLE OF CONTENTS	(i)
LIST OF FIGURES	(ii)
LIST OF TABLES	(iv)
INTRODUCTION	1
Scope	2
SPRAY DEPOSITION	2
Scope	2
Summary	2
Equipment and Materials	5
Preparations for Deposit Collection	6
Spray Deposition Collection and Packaging	6
Shipping and Storage	
Sample Extraction	
HERBICIDE RESIDUES IN STREAMWATER	10
Scope	10
Summary	10
Equipment and Materials	10
Preparations for Streamwater Collection	
Streamwater Collection	
Shipping and Storage	
HERBICIDE RESIDUES IN SUSPENDED SEDIMENTS	11
Scope	
Summary	11
Equipment and Materials	12
Suspended Sediment Collection, Filtration and Packaging	12
Shipping and Storage	13
HERBICIDE RESIDUES IN STREAMBED SEDIMENTS	13
Scope	13
Summary	13
Equipment and Materials	13
Preparations for Streambed Sediment Collection	14
Sample Collection and Packaging	14
Shipping and Storage	14

Page

HERBICIDE RESIDUES IN SOIL 14

Scope 14
Summary 14
Equipment and Materials 15
Preparations for Soil Collection 16
Soil Collection and Packaging using a Campbell Soil Auger 18
Soil Collection and Packaging using a Box Auger 30
Shipping and Storage 30
Pre-Analysis Sample Preparation 30
Reporting Herbicide Residues in Soil 31

HERBICIDE RESIDUES IN FOLIAGE AND LEAF-LITTER 33

Scope 33
Summary 34
Equipment and Materials 34
Preparations for Foliage and Leaf-Litter Collection 34
Foliage and Leaf-Litter Collection and Packaging 34
Shipping and Storage 37

ACKNOWLEDGEMENTS 37

REFERENCES 37

LIST OF FIGURES

FIGURE		Page
1.	Assembly of an aluminum foil deposition collector.	3
2.	Packaging samples from an aluminum foil deposit collector	
3.	Residue extraction procedure for petri-dish deposit collector . . .	7
4.	Method of herbicide sample extraction from aluminum foil deposit collectors. . . .	9
5.	Plot for residue collection in soils	19
6.	The Campbell soil auger	20
7.	The box auger	21
8.	Inserting a Campbell soil auger	24
9.	Aluminum foil protection on base of Campbell soil auger	26
10.	Sample divisions of a soil core collected with a Campbell soil auger	27
11.	Subdividing a core from a Campbell soil auger	29
12.	Plot for residue collection in willow and alder leaf-litter	
13.	Plot for residue collection in salmonberry leaf-litter . .	36

LIST OF TABLES

TABLE		Page
1.	Sample bag labelling for herbicide residues in soils	22
2.	Data sheet for soil residue sampling where organic and mineral horizons are to be kept separate	22
3.	Data sheet for soil residue sampling where organic and mineral horizons need not be kept separate	23
4.	Soil thickness data accounting for soil compaction from insertion of a Campbell soil auger	28
5.	Data sheet for soil preparation	32
6.	Soil particle classification and their calculated surface areas	33

INTRODUCTION

Registration of new forestry herbicides in Canada requires data on the environmental fate of residues, including their persistence, degradation, mobility and movement in a variety of forest components and substrates. In addition, obtaining provincial use permits for newly registered herbicides requires further studies on their environmental fate under local conditions. Techniques for environmental sample collection, their preparation, and residue reporting for forest research studies are generally adapted from those used in agricultural research, owing to the relative youth of forestry herbicide research in Canada. The characteristics of forests, which distinguish them from agricultural land, also create difficulties in applying agricultural residue sampling techniques.

Selection of appropriate residue sampling techniques to derive needed data on environmental fate of forestry herbicides are required in: 1) on- and off-target deposit collection, 2) residue dissipation in stream waters and sediments, 3) residue persistence and degradation in soils and foliage, and 4) residue leaching and its lateral downslope movement in soils. Developments in recent studies on glyphosate (Roundup®) and hexazinone (Velpar®) conducted by the Forest Pest Management Institute (FPMI) in cooperation with the British Columbia Ministry of Forests (BCMOF), CFS Maritimes, Pacific Forestry Centre (PFC) and the Ontario Ministry of Natural Resources (OMNR), have improved sampling, handling and residue reporting techniques for herbicide residues in forest areas. In aerial application of forestry herbicides in certain environmentally sensitive areas, the large droplet sizes provided by the MICROFOIL®[1] boom and the THRU-VALVE BOOM®[2] controlled off-target drift better than the smaller droplet sizes provided by conventional boom and nozzle spray systems (Amchem 1972). The new collection technique developed prevented sample loss from the large droplets splashing and spilling as was found with the previously used plate collectors (Kieley and Ernst 1984) and spray deposit cards (USDA 1984). Two other deposit collectors developed for smaller droplet sizes and different measurement purposes are also described in this manual.

Sediment transportation patterns of streams in steeper forested watersheds differ from those of slower flowing streams typical of agricultural areas in moving larger sediment particles. Selection appropriate sampling techniques is required in order to collect residues adsorbed to these sediments.

Traditionally, forest soil sampling techniques and methods of residue reporting (Neary et al. 1983; Newton et al. 1984) are adapted from those used for relatively homogeneous agricultural soils. These non-volumetric sampling techniques are inappropriate for dealing with the heterogeneity of the undisturbed forest floor. Forest soils have distinct differences and substantial variation in bulk densities for different soil horizons and geographical locations. Reporting residue values in other than weight (kg/ha) or volumetric (mg/L) bases does not enable adequate comparison between different forest soils. Herbicide residue values derived by soil sampling and chemical analysis are often reported on a weight to weight (ug/g) basis (Barring and Torstensson 1983; Neary et al. 1983; Newton et al. 1984; Smith and Hsiao 1985)), whereas residue values are often reported on an area basis (kg/ha) when derived through bioassay techniques (Harrington et al. 1982; Peter and Weber 1985) or through accountability in runoff water by ecologists (Rueppel et al. 1977). Difficulties in interpreting the different units indicate a need for conformity in presenting

---

[1] Registered trademark of Union Carbide, Ambler, Pa.

[2] Registered trademark of Waldrum Specialties Inc., Ambler, Pa.

residue data in a standardized format. Further need for reporting residues in soil on a weight to area basis (kg/ha) is apparent when relating initially applied amounts of herbicide (kg/ha) to residue persistence data, as well as lateral residue movement in soil to the initial background level of residues contributed by the off-target drift deposit (reported as kg/ha) from an aerial application. A new soil sampling procedure developed in recent studies provides the capability to transform traditional residue data from a weight to weight basis (i.e., µg ai/ g soil) to a standardized format using a weight to area (kg/ha) or volumetric basis (mg ai/L soil). The procedure provides a correction factor for individual residue values on the basis of bulk density which accounts for much variation in soil porosity, density of minerals and organic matter, and their combined physical composition found in different soil horizons and locations. Forest managers and regulatory agencies can therefore directly compare the residue data generated from different forest areas, different sampling dates and different application rates.

Some important aspects of herbicide residue sampling that this manual does not discuss include: a) herbicide application techniques, which are specific to herbicide, dispersal systems and field conditions involved, b) statistical and experimental design for randomization, replication and sampling schedule duration, which are specific to the objectives and goals of the research, and c) analytical procedures for residue determination, which are specific to the nature of the samples, and are modified frequently to produce accurate and reproducible results. However, these aspects have been intensively studied, and relevant references and guides to them are readily available.

The main objective of this manual is to provide foresters and field researchers with techniques to obtain reliable environmental samples and some critical pre-analytical measurements that will facilitate further data processing, evaluation and comparison from the residue data traditionally generated in an analytical laboratory.

Scope

This manual specifically addresses techniques for obtaining reliable residue samples for forestry environmental studies on aerially applied hexazinone and glyphosate, unless otherwise specified. However, the techniques described may also apply to other pesticide residues and studies on their environmental fate. Materials and methods, including preparation of sampling plots, and sample collection, packaging, shipping and storage, are described for assessing spray deposition and monitoring herbicide residues in five forestry substrates, including stream water, suspended sediments, streambed sediments, soils and foliage/leaf-litter. Pre-analysis preparation of deposition and soil samples, and reporting of residue data for all substrates, are also described.

SPRAY DEPOSITION

Scope

The procedure in this section describes collection of herbicide deposit from aerial application. Equipment preparation, packaging, storage, shipping and sample extraction are also described.

Summary

Three types of collectors are described for collecting on- and off-target deposit generated from various atomizers used in forestry aerial applications. These include: 1) aluminum foil collectors, 2) petri-dish collectors with filter paper linings, and 3) large Teflon sheet collectors. Aluminum foil collectors (400 cm^2; Fig. 1, 2) were designed for spray with conventional booms and nozzles which generate

Figure 1. Assembly of an aluminum foil herbicide deposition collector.

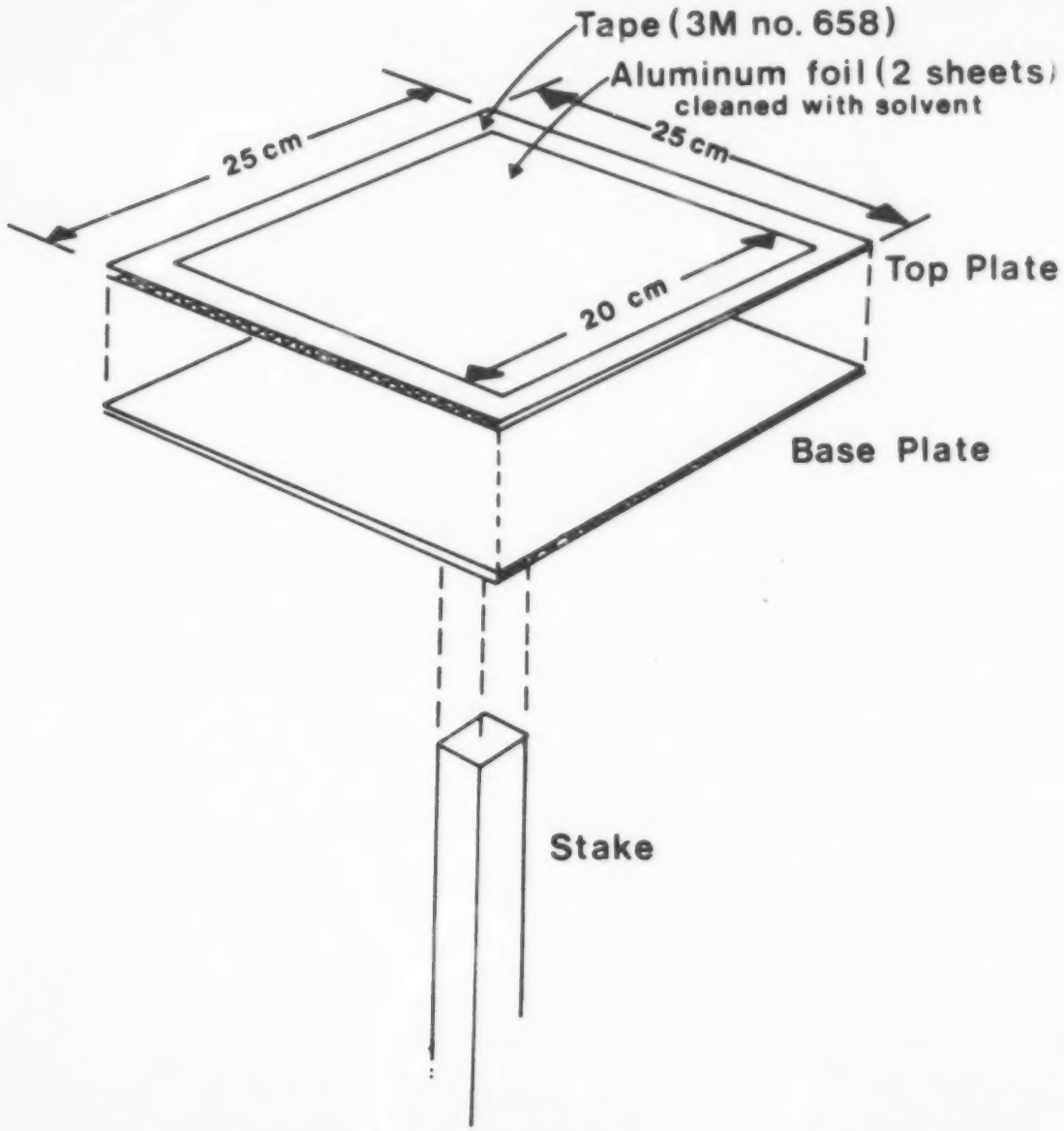
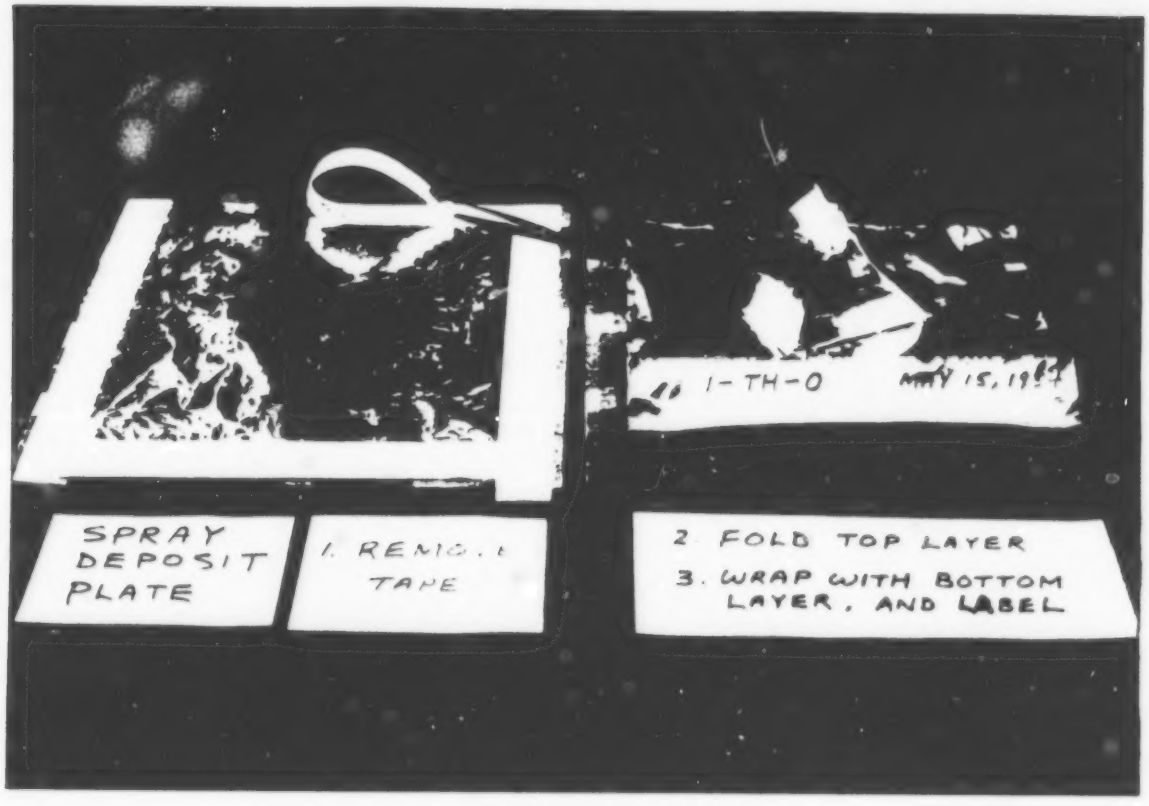


Figure 2. Packaging samples from an aluminum foil deposit collector.



relatively small droplets and a wide range of droplet spectra. Advantages to using this collector include easier storage and shipping, and a collection surface larger than the traditional 50 cm^2, which reduces variation caused by the hit or miss of the relatively smaller number of large droplets. Herbicide residues are also easily extracted from the aluminum foil sheets.

The petri-dish collectors (15 cm diameter) are designed to accommodate the extremely large droplets (> 1700 µm) generated by MICROFOIL BOOMS and THRU-VALVE BOOMs. The energy of impact of the larger droplets needs to be absorbed to prevent loss through splashing. The two layers of filter paper at the bottom of the petri-dish collectors help absorb this impact. The filter paper and walls of the petri dishes also reduce potential for deposit coalescence and runoff from collectors that are not perfectly horizontal.

Teflon sheet collectors (300 cm^2) are designed to monitor off-target drift over the greater distances required for calculation of drift pattern equations and computer modelling. These calculations may involve several variables and different types of dispersal systems. The larger surface area of the Teflon sheets and their proximity to the ground more fully represent deposition on ground or water surfaces than do other collectors. Teflon collectors are difficult to handle without cross-contamination both in the field and in the analytical laboratory, and their extractions involve large volumes of solvents. Teflon collectors are therefore recommended only for sophisticated statistical studies. Descriptions of other methods for monitoring spray drift, including foliage-shaped collectors, rotorod aerosol collectors (Payne and Feng)[3] and various types of solid and liquid impingers were beyond the scope of this manual.

Results of herbicide residue analysis from deposit collectors are calculated on a weight to area basis (µg ai/cm^2 of collector surface) and converted to kg ai/ha for reporting.

Equipment and Materials

Equipment and materials required for herbicide deposit assessment include:

1) Aluminum foil collectors (Fig. 1)

- Glass petri dishes (150 x 15 mm with covers)
- Teflon or Mylar sheet (30 x 100 cm) collectors

2) Insulated shipping boxes

3) Cooler packs, ice or dry ice

4) Meteorological instruments:

- Anemometer
- Recording thermographs at ground and 2 heights
- Hygrometer (for humidity)
- Precipitation gauge
- Wind direction indicator

5) Whatman No. 114 Qualitative, strengthened filter papers (15.0 cm diameter)

6) Masking tape

7) Marking pens

8) Vinyl gloves

9) Forceps

10) Paper towels

---

[3] N.J. Payne and J.C. Feng. 1986. Estimating the buffer required around water during Roundup applications. Can. For. Serv., For. Pest. Manage. Inst. Information Report. Sault Ste. Marie, Ont. P6A [illegible] In preparation.

Equipment and materials required for herbicide extraction in a field lab or analytical include:

1) 15 cm Buchner funnel (Porcelain, Coors, Canlab Cat. No. F7300-9)

2) Aspiration apparatus

3) Vacuum Rotary Evaporator (optional - depending on type of extraction and cleanup procedure involved)

4) Glass funnel (20 cm diameter)

5) Filtering flask (size dependent on volume of washing used)

6) Teflon bottles (0.5 or 1 L) or large mouth Nalgene (Nalge 2107) bottles

7) Mechanical shaker (reciprocal type, 2-3 speeds)

8) Forceps

9) Wash bottle (500 mL, Canlab B7895-500)

10) Round bottom flask (size dependent on volume of washing used)

11) Solvents appropriate for the herbicide to be extracted

12) Vinyl disposable gloves

13) Glass stirring rods

Preparations for Deposit Collection

Aluminum foil collector assemblies consist of upper collection and lower base plates (Fig. 1). The plates can be made from corrugated cardboard 25 x 25 cm. Line the upper plate with two clean (rinsed with appropriate solvents) sheets of aluminum foil (22 x 22 cm) taped on the edges of the upper sheet, leaving an untaped collection surface of 20 x 20 cm. Tape the two plates together on two opposite corners with short pieces of masking tape after securing the basal plate to the station stake with a carpet tack.

Petri-dish collector assemblies require insertion of two filter papers in each base and cover dish (Fig. 3). The papers should be slightly larger than the inside diameter of the petri dishes and fit snugly when creased along the inside walls. Fit masking tape along the outside walls and extend over the lip of the petri plates to maintain an uncontaminated contact surface underneath the tape, essential for placing the cover dish over the base dish during shipping and storage after deposit collection. Pre-label the plates and tape together in pairs (base and cover) for transport to the site.

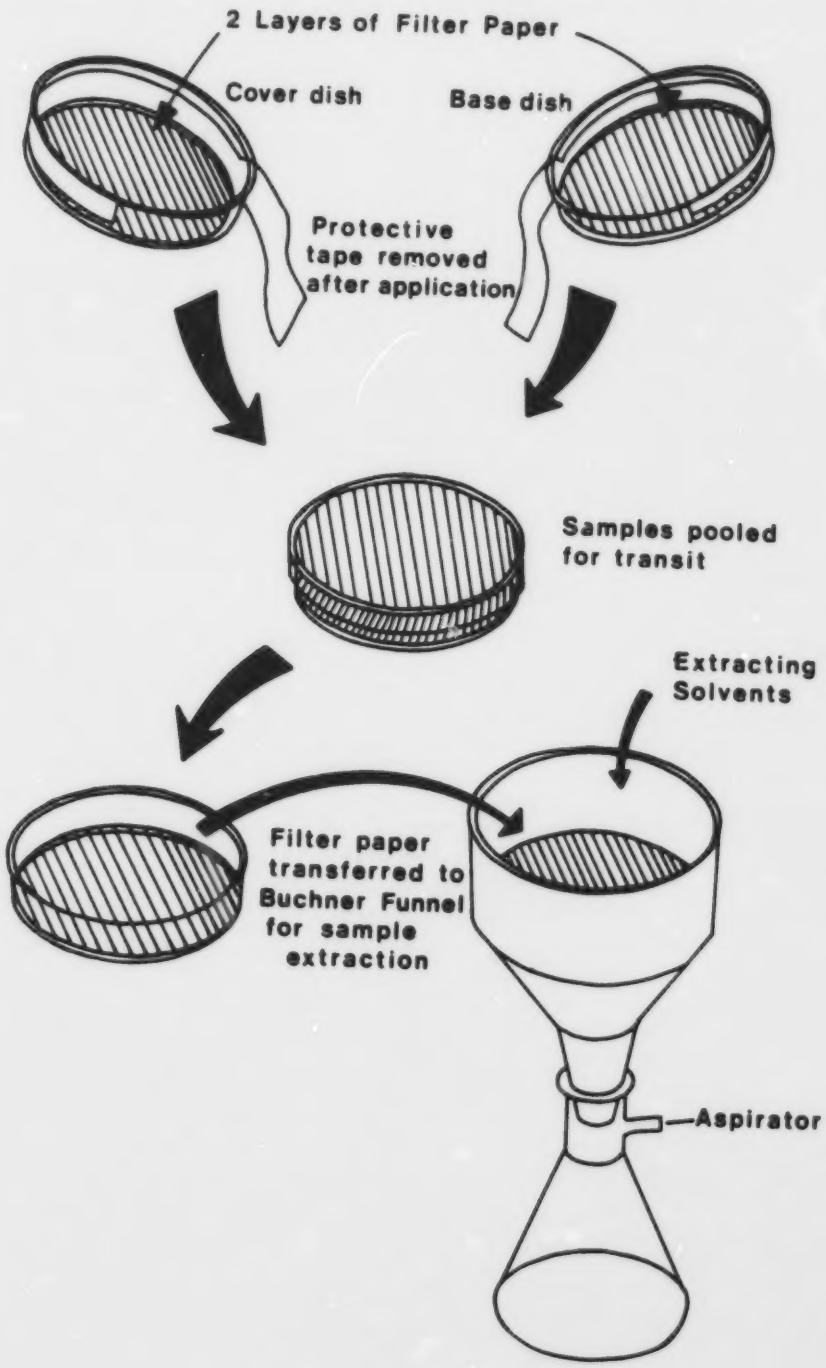
Teflon sheet deposition collectors work similarly to aluminum foil collectors and can be assembled in a similar manner but on a larger scale.

It is important to establish a meteorological station near the experimental plots. Weather conditions, including air temperature, relative humidity and wind velocity and direction at the time of application greatly affect herbicide deposition patterns. A record of these conditions enables comparison of deposit results to that from different application and areas.

Spray Deposition Collection and Packaging

Where the actual rate of aerial application of herbicide is required for specific locations, the deposit from a group of several collectors may be combined to produce an average deposition. The pooling of like samples may be required to provide sufficient amounts of residue for reliable analysis and accurate results. Pooling samples from four aluminum or petri dish collectors, or one Teflon collector per soil or other plot enables calculation of average deposition across the plots. Center the deposit collectors along the four sides of the plot away from overhead obstructions. Drive

Figure 3. Residue extraction procedure for petri-dish deposit collectors.



stakes to 25 cm above the ground for aluminum foil collectors. For Teflon or petri-dish collectors, level a small area of ground at each deposit station.

Allow herbicide deposited on aluminum foil collectors to dry (about 20-30 minutes after application) before handling. Use clean vinyl gloves and forceps for removing the tape from the surface of the collectors (Fig. 2), being careful not to contact any surface of the aluminum sheet with contaminated articles. Fold the samples on the upper sheet. Wrap the lower aluminum sheet over the folded upper sheet, and place in individually labelled plastic bags (25 x 40 cm). Place the samples in a cold container immediately after packaging.

If petri-dish collectors are used, open the dishes immediately prior to herbicide application and place horizontally on several layers of paper towels on the ground. The paper towel will help to stop spray landing outside of the depostion plates from splashing into the collectors. Collect samples immediately following application to prevent loss through volatilization. Remove the contaminated protective tape from around the outside wall to provide a clean contact surface between the cover and base plates. Prevent contamination of the freshly exposed glass surfaces by wearing clean vinyl gloves and using forceps to peel back the tape. When the tape has been removed, place the cover plate over the base plate of the same set, thus pooling the sample. The samples are ready for transport after placing them into a plastic bag and tying it closed. The shipping cases the petri dishes came in are suitable for transport to and from the field. Place samples in a cold container immediately after packaging.

Shipping and Storage

Freeze deposition samples within several hours of sample collection. Store samples below -10°C until ready for extraction to minimize chemical decompostion of the herbicide collected. To minimize sample handling, keep the samples in the shipping cases during storage. Transport samples in well-constructed commercial coolers or in insulated boxes (40 x 50 x 60 cm waxed cardboard with built-in insulation further lined with 2.5 cm styrofoam) covered with a layer of frozen cooler packs, ice or dry ice to keep samples near or below 0°C.

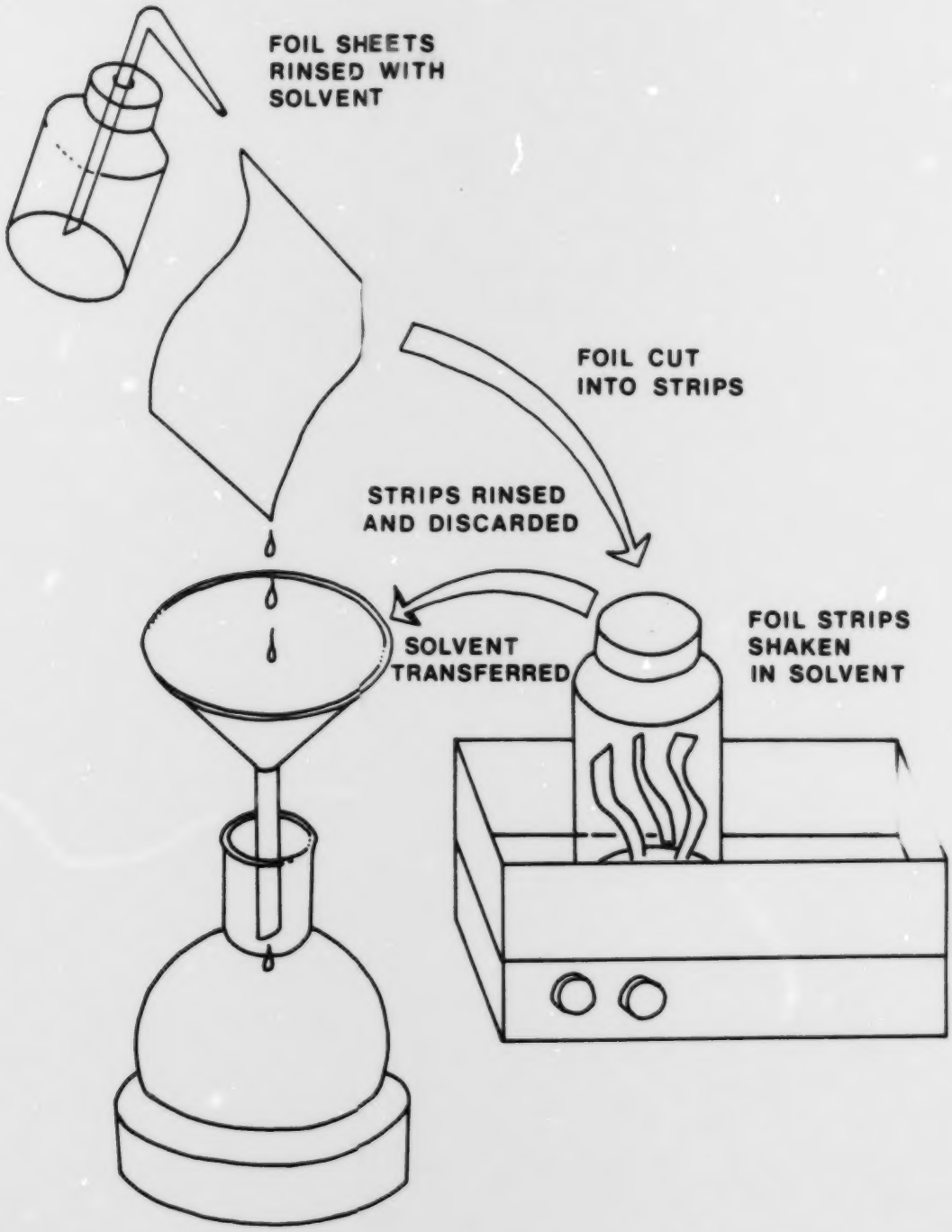
Residue degradation during sample storage should be assessed if previously undetermined. Residue degradation can be monitored by fortifying field samples so that they undergo the same schedule (freezing, shipping and storage) as the actual samples.

Sample Extraction

Deposit samples are extracted from aluminum foil collectors with multiple rinses of solvent(s) appropriate for the herbicide collected (Fig. 4). Collect the solvent through the funnel into a round bottom flask. After the initial rinsings, tear the foil into strips, using forceps and wearing clean vinyl gloves, and place the foil strips in a Teflon (or Nalgene) bottle. Use of bottles other than Teflon with pesticides other than glyphosate and hexazinone may require trials to determine that adsorption or desorption of chemicals is insignificant. Add solvent to the bottle, then sequentially sonicate and shake on a mechanical shaker for a defined length of time. Transfer extracts to the round bottom flask and repeat the extraction 2-3 times. Remove foil strips from the bottle and give them a final rinse into the round bottom flask. Either bring the extracts to a standardized volume with extracting solvents, or concentrate the deposit sample extracts with use of a vacuum rotary evaporator.

Extraction of deposit samples on petri-dish collectors involves re-inserting the filter papers from the petri-dishes into a Buchner funnel assembly (Fig. 3). Rinse the empty petri dishes with extracting solvents for the herbicide and add to the Buchner

Figure 4. Method of herbicide sample extraction from aluminum foil deposit collectors.



funnel. Extract the filter papers in the Buchner funnel several times under reduced pressure and discard. Bring the filtrate to, or concentrate to, a standardized volume ready for sample analysis. The method described above provides rapid and efficient extraction with minimum handling.

Extraction of deposit samples on Teflon sheet collectors is similar to extraction from aluminum foil collectors. Carefully cut the sheet into smaller squares before the initial rinsing, and then into strips before extracting by sonicating and shaking on a mechanical shaker.

HERBICIDE RESIDUES IN STREAMWATER

Scope

These procedures describe streamwater collection for both point samples and time-integrated samples. Methods of water sample collection, handling, shipping and storage are described.

Summary

Concentrations of herbicide residues dissolved in streamwater vary with amount of source input from overspraying, drift and runoff, the dilution effect of stream discharge, and the degree of residue degradation and re-adsorption between source and point of sampling. Repeated samplings should therefore be conducted at the same downstream locations where previous samples were collected.

While monitoring an oversprayed stream channel, frequent water samples should be integrated over short time periods (e.g., 1 hour) during the initial 6-12 hours to smooth irregularities in concentrations caused by minor pulses. Sample integration also reduces the need to analyze as many samples, thereby reducing analytical costs. For monitoring residue runoff contamination in streamwater, identify storm events by a predetermined threshold based on stream discharge and rainfall data according to the specific goals of the research project.

Results from streamwater residue analysis are reported on a weight to volume (mg/L or ppm, W/V) basis.

Equipment and Materials

Equipment and materials required for water sample collection include:

1) Graduated cylinder (200 mL)

2) Insulated shipping boxes (see page 8)

3) Cooler packs, ice or dry ice

4) Water sample bottles (1 L - Teflon or Nalge 2002)

5) Masking tape

6) Marking pens

7) Wooden stakes (4 x 4 x 120 cm)

Preparations for Streamwater Collection

Teflon or Nalgene bottles can be used for both hexazinone and glyphosate samples. There is no evidence of adsorption on the wall of these types of bottles. There is no need to acidify samples for storage. Requirements of bottle materials and acid treatment for other herbicides or pesticides should be checked before sampling. To prepare for streamwater sampling, thoroughly wash sample bottles with appropriate solvents (e.g., wash with methanol and distilled water for hexazinone and glyphosate sampling, respectively). Label bottles with experiment, location and sample identification numbers, date and time of collection, and name of operator on a strip of masking tape rather than writing directly on the bottle where labelling may rub off. Mark

sampling locations on the streambank for future reference with a stake labelled with the station number.

Streamwater Collection

Base a sampling schedule for streamwater collection on both time from application and phase within a storm hydrograph (i.e. the increase and decrease in stream discharge over time within a storm event). Sample streamwater before, and hourly after application, gradually decreasing sample frequency to daily, weekly and monthly. In addition, for long term or storm event monitoring, select a recognizable phase of a storm hydrograph with a threshold discharge that will provide an expected minimum number of storms that exceed the threshold during sampling period. Obtain discharge or rainfall records from site history reports or a local weather station. Initiate sampling on a daily, decreasing to weekly basis when this threshold discharge is achieved.

Collecting a water sample integrated over time requires filling the 1 L sample bottle with equal sample aliquots taken at regular time intervals. For example, 150 mL per 10 minute interval to produce a 900 mL per hour integrated sample. Samples collected by this method should be measured with a graduated cylinder before being added to the integrated sample bottle.

Collecting a water sample at one point in time requires filling the sample bottle with water representative of the stream at that station. However, precautions are necessary to prevent contamination of water samples. Do not allow water to pass across ones hands as it flows into the bottles. Avoid collecting water that is disturbed when entering the stream by collecting samples from upstream of where one is standing. For further discussion on sample replicates and station locations, see Pledger (no date). Depth-integrate the water samples by repeatedly raising and lowering bottles from the surface to the bottom of the water column. Once the bottle is full, pour off enough water so the surface level falls below the shoulder of the bottle (about 900 mL) so that about 10% free space is available to prevent breakage during freezing. Immediately place samples into a cold [illegible] tainer and freeze within several hours collection.

Shipping and Storage

Procedures for shipping and storage similar to those described on page 8. bottles are frozen in an upright position, they will not develop bulges in the bottom that make for awkward handling later.

HERBICIDE RESIDUES IN SUSPENDED SEDIMENTS

Scope

This procedure collects and isolates soil particles suspended in streamwater. The quantity of water filtered to obtain the sediments is used for calculations of herbicide residue per volume. Sample packaging, shipping and storage procedures are also described.

Summary

Herbicide residues that bond to particles may be transported via [illegible] activity in bedload or suspended in the water column. Suspended sediment concentrations vary within a system, being related to stream discharge, stage condition, relative sequence of the storm in the annual cycle and possibly the rate of rise of the stream (Brown 1980). By sampling stream water at consistent stages and intervals through selected storm hydrographs, changes in herbicide residue levels transported on suspended sediments may be monitored over time. [illegible] methods described in this section are applicable to individual spot samples. as immediately after treatment prior to storm events, as described for streamwater sampling schedule above.

Known volumes of streamwater are filtered to isolate suspended sediments. Filtration can be done in a field lab so that only the sample on the filter paper need be shipped (frozen) to the analytical lab. The amount of residue detected in later analysis may be then related to the volume of water filtered to yield weight to volume (mg/L) or weight to weight (µg/g) values for reporting.

Equipment and Materials

Equipment and materials required to collect suspended sediment samples include:

1) 12 L plastic buckets with lids
2) 1 L graduated cylinder
3) 1 L filtering flask
4) 15 cm Buchner funnel (Porcelain, Coors, Canlab No. F7300-9)
5) Aspiration assembly
6) 500 mL beaker
7) Insulated shipping boxes (see page 8)
8) Cooler packs, ice or dry ice
9) Whatman No. 114 filters (270 or 320 mm diameter)
10) Marking pens
11) Plastic bags (25 x 40 cm)
12) Vinyl disposable gloves

Suspended Sediment Collection, Filtration and Packaging

Initiate a sampling schedule for suspended sediment collection on a recognizable phase of a storm hydrograph to permit comparison between storm events. Sampling at consistent phases or intervals within storm hydrographs (e.g., during the rising limbs of hydrographs or at x days after peak discharges) minimizes intra-storm variation in sediment load sampled. Select the initiation point for storm sampling at a critical or desired threshold discharge, such as based on storm return frequency (i.e. expected frequency of a selected stream discharge, based on past discharge records), or on a "bank-full" stage. Select an appropriate threshold discharge to provide an expected minimum number of storms to be monitored. In addition to using the threshold discharge to initiate during-storm sample collection, also use it to initiate post-storm sampling schedules.

The quantity of suspended sediments in samples is a function of the volume of water filtered. In systems where relatively large quantities of sediments are transported, smaller volumes of water may be required to yield sufficient amounts of sediment samples for herbicide residue analysis and to avoid saturating many filter papers per sample. In streams in forested watersheds, it may be necessary to filter 20 to 40 L for an adequate suspended sediment sample, based on field experience. Residue analysis requires greater than 0.1 and 0.2 µg of hexazinone and glyphosate per sample, respectively. For example, when sediment samples contain 0.1 ppm (w/w) of residue, at least 1 g and 2 g of sediments are required for their analysis, respectively.

Several precautions are necessary to collect representative suspended sediment samples. Use clean containers and lids washed in solvent, and avoid contact of their inside surfaces with contaminated articles. Avoid collecting water that passes over contaminated articles such as hands or clothing as it flows into the containers. Ensure that streambed sediments stirred into the water column when entering the stream are not sampled by collecting samples from upstream of where one is stand-

ing. Depth-integrated samples are more representative of the stream water than are samples collected only from the surface.

Filtering the sample should directly follow sampling to avoid desorbtion of residues. Fold the filter paper and fit it over the bottom of a 15 cm diameter beaker before insertion into the Buchner funnel, being careful to avoid cross-contamination. Measure the volumes of sample water before vacuum filtering them. Suspended sediments will settle as a function of particle density and time. Ensure that the sediments settled at the bottom of the collecting containers are also filtered by rinsing the containers with sample water previously filtered. After filtration, remove the loaded filter paper with forceps and allow to briefly air dry. Fold the loaded filter paper into a labelled plastic bag and tie closed. Triple-bag the samples to prevent contamination. Place the samples in a cold container immediately, and freeze within several hours of filtration to minimize decomposition of the herbicide. Aliquots of 1 L water filtrate should be collected and analyzed for cross-references if separate water samples are not collected.

Shipping and Storage

Procedures for shipping and storage are similar to those described on page 8.

HERBICIDE RESIDUES IN STREAMBED SEDIMENTS

Scope

Two procedures described permit streambed sediment sample collection in either fast or slowly flowing streams. Methods of sediment sample collection, handling, shipping and storage are described.

Summary

Herbicide residues may be transported in streams in at least three modes: 1) dissolved in water, 2) adhered to suspended sediments, and 3) adhered to bedload (i.e. larger movable particles associated with the streambed) or streambed sediments. Residues may be deposited along the stream, particularly in deposition areas where streambed sediments form bars and suspended sediments fall out of suspension. Additional residue deposition may occur where dissolved residues come into contact with and adhere to stationary sediments. Residues adsorbed onto soil particles are primarily transported during storm events and hence, sediment sample collection should be linked to storm frequency to minimize sample variability (see page 12). An appropriate sampling schedule would be similar to that for streamwater (page 11).

Two methods of sediment collection are described to accommodate sampling sediments of different consistencies. A core sampler is suitable for collecting fine sediments as would be encountered along slower sections of a stream. For faster flowing sections of forest streams where sediments are coarser and less cohesive, direct collection into a sample bottle is more appropriate.

Values of herbicide residues associated with streambed sediments are reported on a weight to weight (µg/g) basis.

Equipment and Materials

Equipment and materials required for sampling streambed sediments include the following of two sets:

Core sampler method for cohesive sediments:

1) Hand core sampler (Wildco No. 2420-G55; 5 cm diameter, 15 cm core length)

2) Insulated shipping boxes (see page 8)

3) Cooler packs, ice or dry ice

4) Liner tubes (5 cm diameter x 15 cm Wildco)

5) Liner tube caps (15 cm diameter, Wildco)

6) Egg shell core catchers (Wildco)

7) Plastic bags (25 x 40 cm)

8) Marking pens

9) Wooden stakes (4 x 4 x 120 cm)

Open bottle method for coarser sediments:

1) Widemouth bottles (Nalge 2107, 250 mL)

2) Insulated boxes (see page 8)

3) Cooler packs, ice or dry ice

4) Masking tape

5) Marking pens

6) Wooden stakes (4 x 4 x 120 cm)

Preparations for Streambed Sediment Sampling

To prepare for streambed sediment sampling, label bottles washed in solvent with experiment, location and sample identification numbers, date and time of collection, and name of operator on strips of masking tape. Install labelled stakes at sampling locations for future reference.

Sample Collection and Packaging

Core Sampler Method

Insert a clean, pre-assembled core sampler with liner tube, caps and egg shell core catcher into the stream substrate. To extract, twist and slowly remove the assembly with the sample contained in the liner tube. Be careful to prevent cross-contamination while capping the liner tubes by avoiding sample contact with contaminated articles and by triple-bagging the sample. Immediately place samples in a cold container and freeze within several hours of collection.

Open Bottle Method

Precautions against sample contamination are necessary during streambed sediment collection with a bottle. Rinse the labelled sample bottle and cap in streamwater three times prior to sample collection. Locate deposit of fine sediments below the streamwater surface, and scoop the sediments in the bottle. Ensure that the sample sediments are not in contact with contaminated hands nor with the sediments disturbed when entering the stream. Exclude larger organic debris from the sample. Before capping the sample bottle, pour out as much water as possible. Immediately place samples in a cold container and freeze within several hours of collection.

Shipping and Storage

Procedures for shipping and storage are similar to those described on page 8.

HERBICIDE RESIDUES IN SOIL

Scope

These procedures describe soil site selection, pre-sampling preparations, sample collection and recording procedures, sample packaging, storage, shipping, and pre-analysis sample preparation. An improved method for residue reporting is also described.

Summary

A study design for assessing herbicide residues in soil should ensure that samples collected are representative of the treated area. Although outlining study designs for statistical representation was beyond the scope of this manual, guidelines for selection of appropriate sampling schedules, sampling equipment and plot locations are provided to achieve proper representation. Maintaining representation of the samples by preventing cross-contamination and residue degradation is also necessary. Cross-contamination between soil samples is mini-

mized by the sampling and packaging techniques described in this section. Minimizing degradation of herbicide residues in samples during shipping and storage is also discussed.

After samples have been analyzed, calculating the residue values so that they are representative of the treated area is necessary for comparison between samples or studies. By calculating the sample bulk densities from the known areas, depths and total weights of soil samples, a correction factor may be applied to analytical data in a weight to weight (µg/g) format, converting values to an area basis (kg/ha), which provides consistent residue reporting between horizons, soil types and regions. Vertical subsampling described in this section is designed to accommodate soil horizons and their different bulk densities.

Equipment and Materials

Equipment and materials required for soil sampling include:

1) Campbell soil auger (reinforced steel; see Fig. 6)

2) Box auger (steel; see Fig. 7)

3) Sledge hammer (1 kg or 5 kg)

4) Scoops for box auger

5) Shovel

6) Water container (20 L)

7) Packsack

8) Trowel, customized with rounded tip (4.5 cm radius)

9) Ruler

10) Scissors

11) Scalpel

12) Wash bottle (500 mL, Canlab No. B7895-500)

13) 3 Paint brushes (2.5 cm wide)

14) 2 Scrub brushes (5 x 15 cm)

15) Calculator (optional)

16) Flathead screwdriver

17) Work table (0.5 x 1 m minimum)

18) Forceps

19) Rinse water (about 2 L per sample)

20) Kraft paper towels (about 30 per sample)

21) Aluminum foil (pre-cut to 15 x 30 cm)

22) Masking tape

23) Marking pens

24) Plastic bags: 25 x 40 cm (15 pre-labelled per sample station)
36 x 53 cm (one per core)

25) Cloth residue bags (34 x 60 cm; one per core)

26) Data sheets

27) Plastic sheets to cover work table (e.g. opened garbage bags)

28) Vinyl disposable gloves

29) Wooden stakes (4 x 4 x 120 cm)

Equipment and materials required for storage and transport include:

1) Freezing facilities

2) Insulated shipping boxes (see page)

3) Cooler packs, ice or dry ice

Equipment and materials required for pre-analysis preparation include:

1) Drying room (darkened with minimum temp. about 15°C)

2) Dehumidifier (Viking Model 30271)

3) Shelves in drying room

4) Drying trays (about 35 x 50 x 1 cm)

5) Scale (3 kg accurate to 1 g)

6) Commercial blender: base (Waring no. S-61643-50)
containers (Waring 1 L and 4 L heavy duty stainless)

7) Blending room with fume hood

8) Protective ear muffs

9) Apparatus washing facilities

10) Sieves (Tyler no. 10; 2.00 mm)

11) Spatulas (various sizes)

12) Aluminum foil

13) Marking pens

14) Vinyl disposable gloves

15) Plastic bags (36 x 57 cm; heavy duty)

16) Breathing masks (SAK-102, non woven)

17) Acetone or other solvents for cleaning and drying

Preparation for Soil Sampling

Experimental design can only be completed after a reconnaissance of the area. Several factors must be considered in selecting soil sampling plots. Plots for persistence and vertical leaching studies should be relatively flat to minimize overland runoff and subsequent residue movement. Soil plots should be located away from the edges of the treatment blocks. The plots should be of sufficient size to permit sampling more than the required number of replicates (e.g., roughly 16 m^2 for a 2-year study). The soil profile should not be disturbed to a greater degree than occurs in commercial silvicultural practice (Pesticides Division, EPS 1985) to represent typical conditions. Soil profiles where rocks and large gravel are frequently encountered should be avoided to minimize bias in analysis introduced through the loss of residues adsorbed to unprocessable rocks, and variation in recoverable amounts of soil particles (less than 2 mm diameter). Soil auger life expectancy and ease of sampling are greater if these rocky areas are avoided. Ease of access should be considered in selecting a site, taking into consideration the proposed frequency of sampling.

The number of plots and replicate stations per plot to adequately represent a treated area also need to be selected. The number of samples required will vary with the nature of the study and the variation in forest floor composition. Different experimental designs have been discussed in detail by Pledger (no date) and Pesticides Division, EPS (1985). If the soils are sufficiently uniform to assume that soils are spatially homogeneous within a plot, one sample at each of three or more plots per sampling may be adequate to represent a treated area. Appropriate sampling depths are necessary to achieve representation of the treated area. Select a lower core subdivision below the maximum depth of residue leaching expected for the herbicide in the soil type encountered. An appropriate sample schedule includes pre-treatment, zero-time, and post-treatment samples on a daily basis, gradually decreasing in sample frequency to weekly, monthly and annually. A rigorous study may include 20 scheduled samplings in its first year. Determination of the persistence of hexazinone in clay soils may require a 3-year or 4 growing-

season study. However, for glyphosate and hexazinone in sandy soils, determination may require 2-3 growing seasons.

Simulating a "worst-case scenario" under local operational conditions, has been the objective of pesticide registration and many experimental designs. To achieve the worst case for herbicide impact on soils from forestry aerial spraying, direct application of the maximum allowable rate on the exposed forest floor is desired. Exposing the forest floor also provides a more uniform application than if standing vegetation were available to partially intercept the herbicide. To expose the forest floor, remove all understory and overstory vegetation using chainsaws, brushsaws, hedge clippers and hand rakes as required. Do not disturb the soil profile during clearing. Trim vegetation within the sampling plots down to below 1 cm and remove large debris and slash (Fig. 5). Clear vegetation from around the soil plots to prevent spray interception and to provide access to all sides of the plots. In areas under a high canopy, the width of canopy opening should be three or more times the canopy height to minimize the vortex effect during aerial application and to provide uniform treatment across the soil plot.

Once the plot has been cleared, use corner posts to mark sampling plot boundaries and identify the plots for future reference. For a 2-year residue study, plot sizes of 3 x 3 m or 4 x 4 m are adequate. To discourage inadvertent movement of herbicide onto the plots from human foot traffic or that of large animals such as deer or bears, hang removable fence rails from the corner posts (Fig. 5) and hang flagging from the rails to improve their effectiveness.

When the goal of a study is to verify the herbicide input to the forest floor through initial penetration and subsequent leaf fall, and its persistence in soils under a "real-life scenario" in a forest area occupied by a high tree canopy of weed species, leave the overstory canopy intact and clear only the lower growth and understory vegetation. Use tree stems for marking plot boundaries or for supporting removable fence rails.

Assessment of herbicide deposition rate at the soil sample plots provides actual baseline application rates for later soil analyses. It is more appropriate to use this actual application rate than to use the less accurate nominal application rate, as estimated from concentration of active ingredient (ai) in the tank mix, operational calibration of the dispersal system, aircraft speed and elevation, and swath overlap. In order to accurately assess deposition, designate four areas for deposition collectors centered along the edges of soil plots (Fig. 5). Just prior to herbicide application, remove the fence rails and lay out the deposition collectors as described in the section on spray deposition collection and packaging on page 6.

Pre-treatment samples (or those from controls) are required for the background contamination analysis and spike-recovery tests for analytical procedures involved. Zero-time samples are crucial for evaluation of all subsequent samples (Pesticides Division, EPS 1985). Early analysis of zero-time soil samples and/or spray deposition is required to confirm that the plots were treated and that further sampling is warranted.

A great variety of soil sampling techniques have been developed, largely for agricultural pesticide studies (Coile 1936; Cline 1945; Hormann et al. 1974; Wilson and Lavy 1975; Bannink et al. 1977; Apperson et al. 1980; Sieczka et al. 1982; Rother and Millbank 1983; Pledger no date). Two techniques recently developed for sampling forest soils are discussed in this section. The types of soil encountered in soil plots largely determines which of the two sampling methods is most suitable. If the soil is deeper than 40 cm and if rocks and large gravel are infrequent, the most appropriate

sampling method is with the Campbell soil auger (Fig. 6). Conversely, if the soils are shallow or are very high in gravel content, a box auger (Fig. 7) should be used. The box auger should also be used in studies where residue distribution over depth is not the concern, such as in monitoring the off-site movement of residues in runoff.

Prior to soil sampling, several preparations are required:

1) Pre-label soil sample bags (three per subsample), indicating date, location, nominal herbicide rate and date applied, sample number and name of the person responsible for sampling (Table 1). Large bags designed to contain all subsamples of one soil core should also indicate which subsamples are enclosed.

2) If the Campbell soil auger is to be used, cut aluminum foil into 15 x 40 cm strips. The foil is used for covering the contaminated outer surface of the Campbell soil auger.

3) Draft data sheets with columns for sample numbers and depths encountered (Table 2, 3).

4) If using the Campbell soil auger, mark it at the depths desired for subdividing the soil core (e.g., corresponding to 0, 5, 15, 30 and 35 cm from the ground surface when the auger is inserted 40 cm)

5) Thoroughly clean all equipment and tools in contact with the samples from any contamination, including the soil sampler, scissors, scalpel and forceps.

6) Pack all equipment and materials listed in the preceding sections in a suitable container for transport (e.g., packsack).

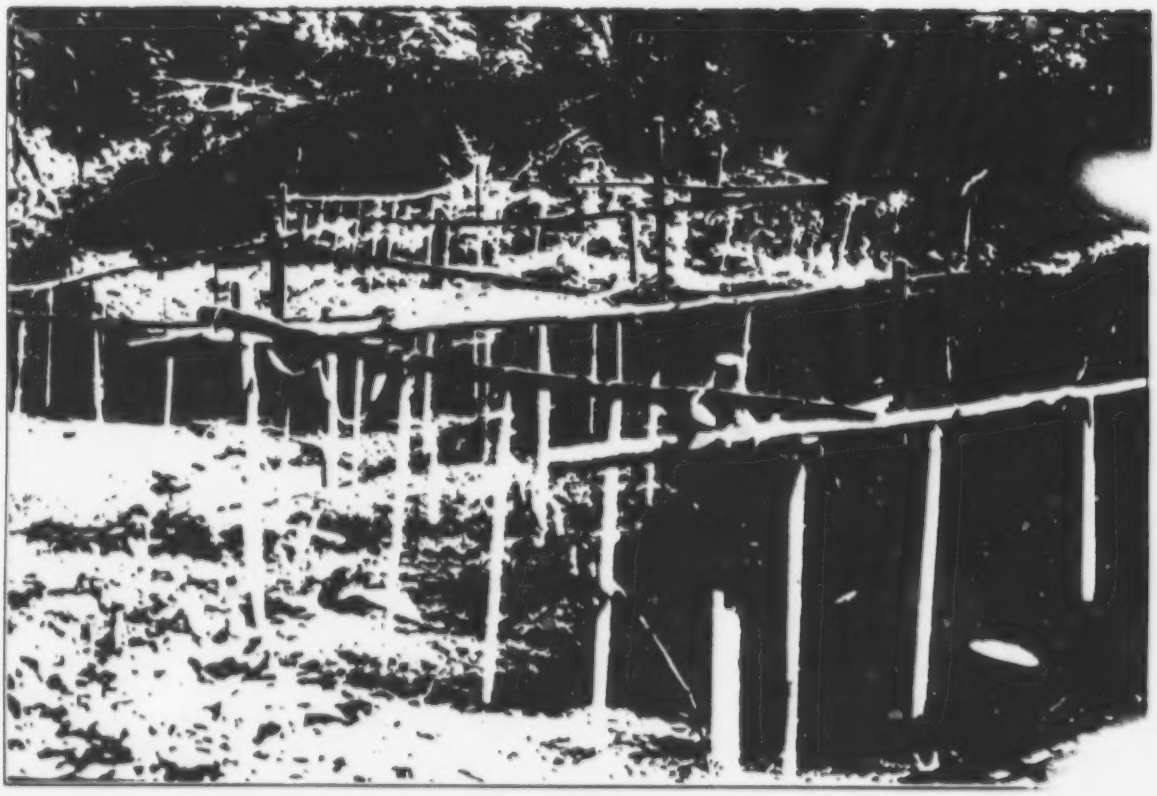
Soil Collection and Packaging Using a Campbell Soil Auger

The main design of the following procedure is to provide data required to calculate the weight to volume ratio or sample bulk density of each subsample, and to package the samples without any contamination from adjacent samples or from outside sources. The importance of providing weight to volume ratios or bulk density values of soil samples lies in residue accountability calculations, described further on page 31.

Begin sampling at the edge of the soil plots and work in towards treated but undisturbed areas at the plot centers. Maintain a maximum reserve of undisturbed sampling area by restraining foot traffic within the plot. However, it is best to space samples more than 40 cm apart to minimize the effect of precipitation entering holes of previous samples in influencing residue infiltration patterns. Fill sample holes with uncontaminated or pesticide-free soils wherever it is possible to maintain a supply of these soils near the sampling plots.

In auger insertion, steady the auger by bracing it with a stick jammed behind a handle (Fig. 8). Drive the auger in with a 5 kg sledge hammer until the top mark (0 cm depth line) on the auger reaches the ground surface. Extract the auger by twisting and pulling. When the soils are either very dry and loose, or very wet and cohesive (e.g., swampy areas), dig an auxiliary hole adjacent to the auger before extracting the auger and soil core. In these areas, the soil core may fall or be sucked out of the auger as it is extracted. An auxiliary hole, dug deep enough to allow the auger to be tilted and a cover or hand to be placed over the bottom, will aid in retaining soils. In very cohesive soils, slicing the soils across the bottom of the auger with a shovel

Fig. 5. Plot for residue collection in soils.



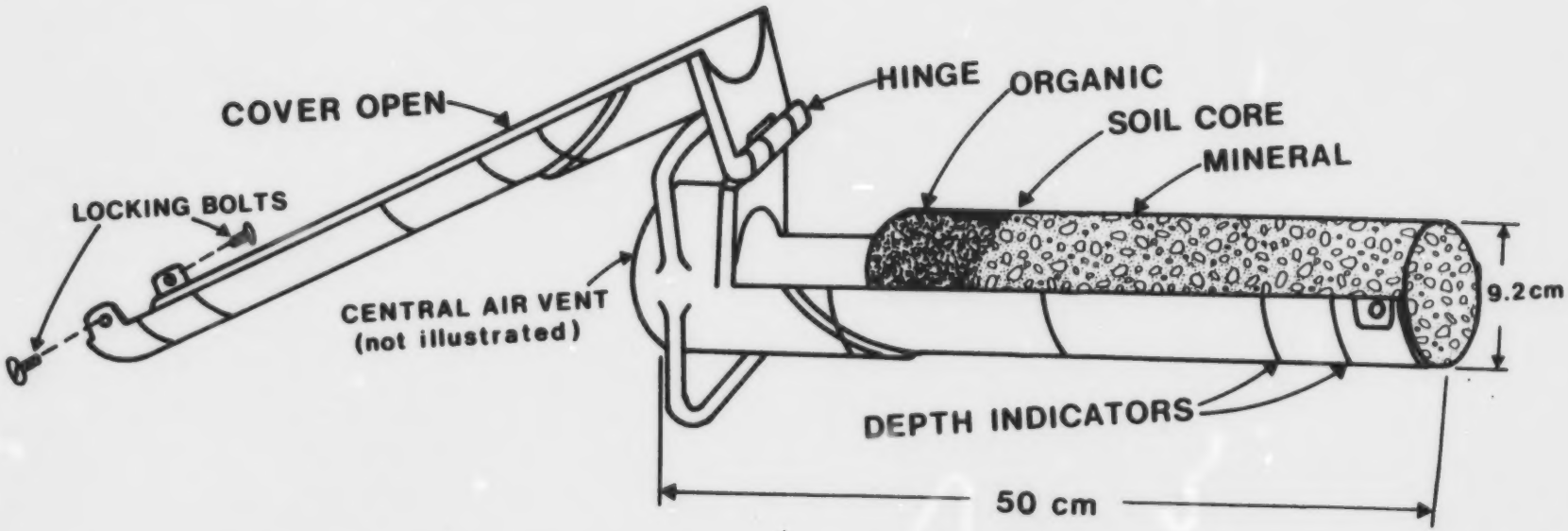


Fig. 6. The Campbell soil auger.

Fig. 7. The box auger.

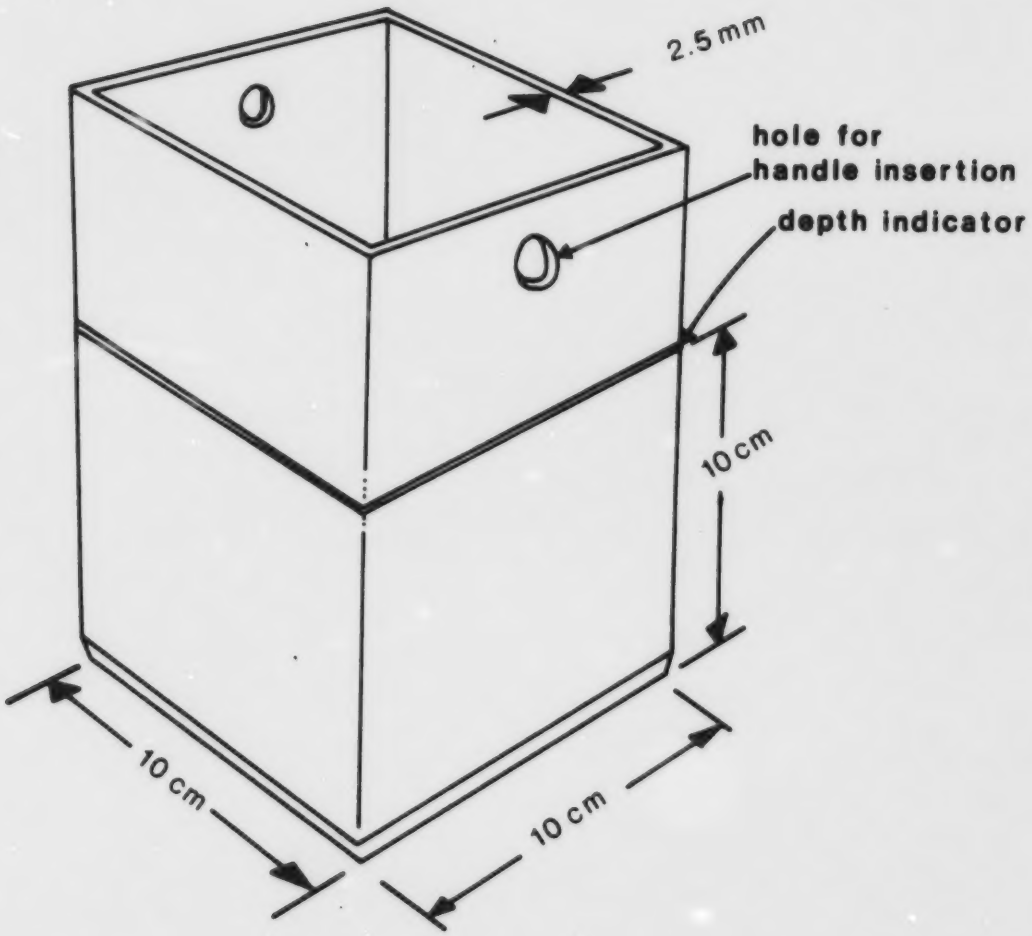


Table 1. ample bag labelling for herbicide residues in soils

Location: _____

Herbicide: _____

Rate of Application: _____

Sample Number: _____

Date: _____

Names of Samplers: _____

Table 2. Data sheet for soil residue sampling where organic and mineral horizons are to be kept separate

Herbicide: _____

Sample date: _____

Time of sampling: _____

Sample number: _____

Location: _____

Names of samplers: _____

Sample Code*	Horizon	Compacted Thickness (cm)	Corresponding Initial Thickness (cm)
1-05H-1	humus		
1-05M-1	mineral		
1-15H-1	humus		
1-15M-1	mineral		
1-30H-1	humus		
1-30M-1	mineral		
1-35H-1	humus		
1-35M-1	mineral		
2-05H-1	humus		
2-05M-1	mineral		
2-15H-1			
2-15M-1			
2-30H-1	humus		
2-30M-1	mineral		
2-35H-1	humus		
2-35M-1	mineral		

* Where the first digit of the code represents the station number, the second series indicates the depth and horizon type, and the third series indicates the time of sample (in this case, 1 represents the first sample after treatment).

Table 3. Data sheet for soil residue sampling where organic and mineral samples need not be kept separate

Herbicide: _____

Sample date: _____

Time of sampling: _____

Sample number: _____

Location: _____

Names of samplers: _____

Sample Code*	Compacted Thickness (cm)	Corresponding Initial Thickness
1-05-1		
1-15-1		
1-30-1		
1-35-1		
2-05-1		
2-15-1		
2-30-1		
2-35-1		
3-05-1		
3-15-1		
3-30-1		
3-35-1		

* Where the first digit of the sample code represents the plot number, the second indicate the depth of the sample, and the third indicate the time of sampling (in this case 1 represents the first sampling after treatment).

Fig. 8. Inserting a Campbell soil auger.

prior to extraction prevents loss of the soil core due to suction. In all soil types, extraction is facilitated by initially twisting the auger.

The next step is designed to present a clean auger surface to the sample bags and minimize any possible contamination. Clean the outside of the auger with a stiff brush and paper towel. Remove the bolts locking the two halves of the sampling cylinder together. Tape on the aluminum foil, covering the contaminated outside of the basal half of the sample cylinder (Fig. 9). Transpose the desired depth division lines (i.e., 0, 5, 15, 30 and 35 cm) onto the tapes. Ensure that the foil and tape do not become contaminated by moving the auger to a clean portion of the plastic-covered work table (i.e., the tailgate of a pickup truck or a work bench adjacent to the sampling plot).

After prying open the auger with a screwdriver, measure soil compaction and calculate where to subdivide the soil core. The soil core is divided to correspond to the selected depths originally encountered for that sample. If the soil core top is at the 0 cm depth line, i.e., to where the auger was driven into the ground, there was no compaction and the division lines on the tape are appropriate sample divisions. If the top of the soil core lies below the 0 cm depth line, either the core has slipped out of the auger on extraction, usually observed only in wet soils or occasionally in very dry and loose soils, or there was soil compaction, usually observed when there is a thick organic layer or high gravel content in the core. If the core has slipped, discard the sample, clean the auger and repeat the above procedures. Experience gained through sampling approximately 1000 times with the Campbell soil auger suggests that compaction is not likely to occur in mineral soils (sands, silts and clays). Compaction is observed in humus, duff, cores of high gravel content (> 50% in volume) and in swampy wet soils. Humus and duff generally account for compaction in normal forested areas. However, several trial samples should be taken prior to the experimental samples on or near the sampling site to confirm the pattern of compaction of different soil horizons. If the humus layer present is too thin to account for distance of compaction (i.e., <100% of the distance of compaction), then the soil core has probably slipped on auger extraction. To calculate a correction factor to account for compaction, first measure the actual distance from the top to the bottom of the compacted humus layer and mark it on the tape alongside the soil core. Second, divide this distance by the distance from the 0 cm line on the auger to the bottom of the humus layer (i.e., the depth of the humus layer before compaction). Multiply the desired sample depths of humus (i.e., the top 5 cm, next 10 cm, next 15 cm and etc.) by the dividend and mark on the tape, starting at the soil core surface. Apply this correction factor only to the humus layers and not to the mineral layers. Below the humus/mineral interface, use the marks previously indicated to divide samples. If the humus/mineral interface lies at other than a previously indicated sample division mark, two subsamples will be required for that desired depth category if the organic layers are to be separated from mineral layers.

Example:

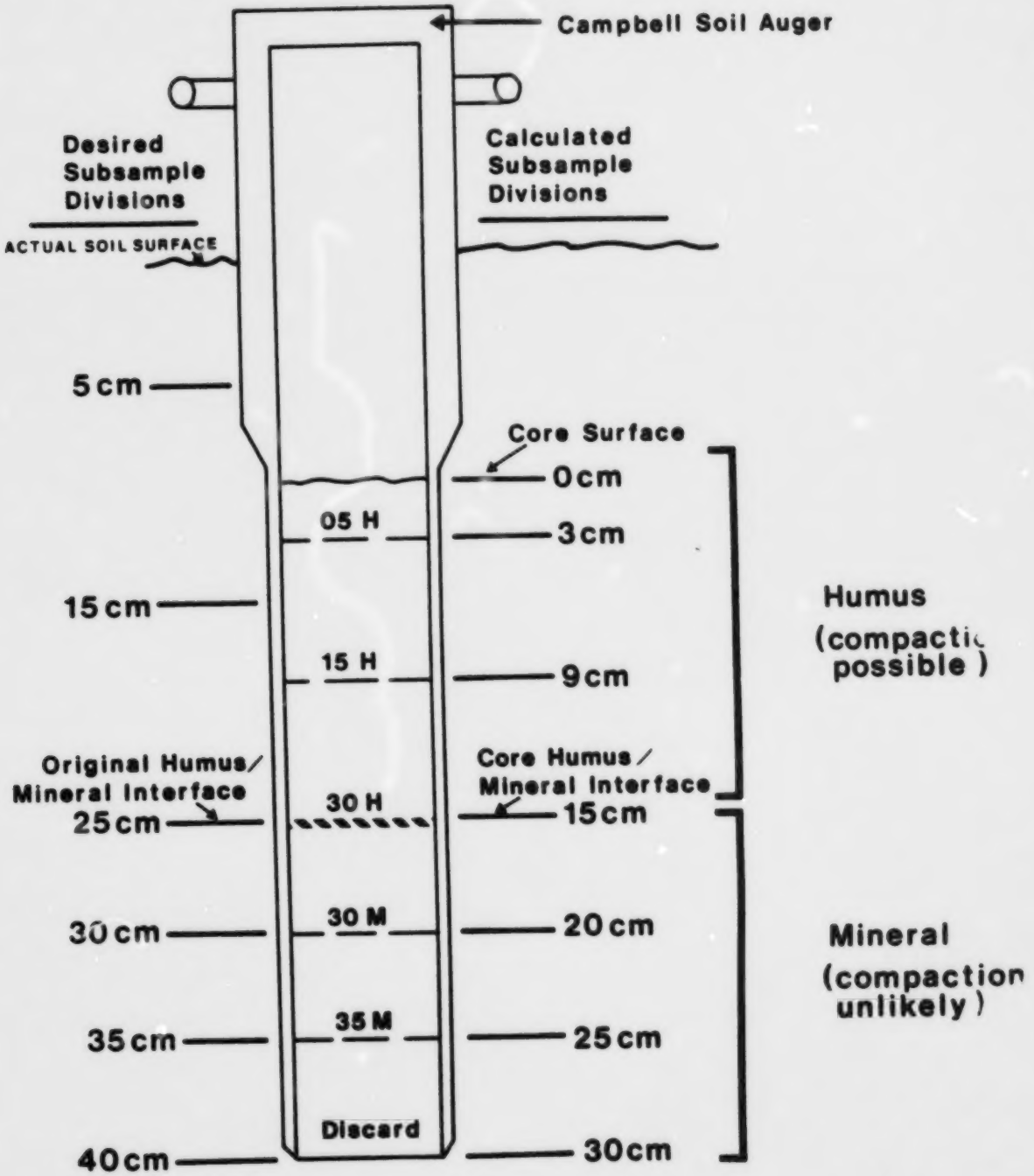
The desired sample division depths for this example are: 5, 15, 30 and 35 cm (Fig. 10). Humus samples are to be kept separate from mineral samples. The humus/mineral interface is encountered at the 25 cm level. The soil core surface is at 10 cm, therefore the humus layer was 25 cm before compaction but now is 15 cm thick.

1) 15 cm / 25 cm = 0.6

2) multiply: 0.6 x 5 cm = 3.0 cm from the core surface is the top division accounting for 5.0 cm of original thickness.

Fig. 9. Aluminum foil protection on the base of a Campbell soil auger.

Fig. 10. Sample divisions of a soil core collected with a Campbell soil auger.



0.6 [illegible] cm = 9.0 cm; second division from the core surface.
0.6 x 25 cm = 15 cm; third division from the core surface.

This last division should correspond to the original humus/mineral interface. The fourth and fifth sample divisions are the original 30 and 35 cm lines previously marked on the auger. Table 4 illustrates proper data recording for this example.

Subdivide the soil core by first transposing the division marks from the tape to the core itself. These reference marks on the core are useful should the core slide during cutting and dividing operations. Using a trowel and other cutting tools as necessary, cut and discard the bottom 5 cm protective layer; it has been contaminated as the auger passed through soil closer to the surface having, theoretically, higher residue concentrations. The trowel may now be contaminated and should be cleaned before re-use. An assistant with clean vinyl gloves slides an appropriately labelled sample bag over the end of the auger and holds it to receive the first sample. With the present sophisticated means of detecting residues in trace quantities, it is paramount that no contaminated objects enter or even touch the inside of the sample bags. Use the trowel to cut and slide the sample into the bag (Fig. 11). If a portion of the intended sample falls onto the clean surface of the work table, or remains inside the auger, use a clean paint brush to sweep the soil into the bag. Use a separate properly labelled brush for each layer to be collected. Carefully add portions of the sample that adhered onto the cover half of the sampling cylinder to the appropriate sample. Squeezing the sample bag to remove air before tying it closed decreases the risk of puncture and facilitates handling. Triple-bag the samples for added protection. Repeat the slicing and packaging process for the designated number of sample layers while maintaining uncontaminated equipment for each layer. Group all separately bagged samples from one core together as a set in an appropriately labelled bag. Place sets of related core samples in cloth residue bags for further protection.

Table 4. Soil thickness data accounting for soil compaction from insertion of a Campbell soil auger

Sample Code*	Horizon	Compacted Thickness (cm)	Corresponding Initial Thickness (cm)
1-05H-1	humus	3.0	5.0
1-05M-1	mineral	---	---
1-15H-1	humus	6.0	10.0
1-15M-1	mineral	---	---
1-30H-1	humus	6.0	10.0
1-30M-1	mineral	5.0	5.0
1-35H-1	humus	---	---
1-35M-1	mineral	5.0	5.0

* Where the first digit of the code represents the station number, the second series indicates the depth and horizon type, and the third series indicates the time of sample (in this case, 1 represents the first sample after treatment).

Fig. 11. Subdividing a core from a Campbell soil auger.

Soil Collection and Packaging using a Box Auger

Use the box auger where the Campbell soil auger is not appropriate (page 18). Follow the sampling schedule described for the Campbell soil auger on page 16. Insertion of a box auger (designed for 5 or 10 cm depth sampling) requires a driving force supplied by a hand sledge hammer transmitted through a 2 cm thick plywood capping that rests on top of the auger. Insert the auger to the depth indicated on the side of the auger. Use a shovel to dig an access hole (30 cm wide) along two or three sides of the auger. Use a flat trowel (wider than the auger base) to slice off the soil column across the bottom of the auger. If the trowel cannot be worked through the soil column, clean and re-insert the auger elsewhere.

Lift the auger and soil core using the trowel and empty the contents into a prelabelled plastic bag. Triple-bag the samples to prevent cross-contamination. Teflon- or vinyl-lined soil bags are useful to transport sets of samples.

Shipping and Storage

Immediately chill samples and freeze within several hours of sample collection to minimize microbial, chemical, photolytic and hydrolytic decomposition of herbicide residues. This requirement precludes shipping unfrozen samples long distances directly from the field. Start cooling as soon as possible by covering samples with frozen cooler packs or ice inside insulated containers. This configuration is recommended for transport to nearby freezing facilities. Samples should be kept frozen for prolonged storage or long distance shipping. Residue degradation can be monitored by fortifying field samples on site, if it is feasible, so that they undergo the same schedule (freezing, shipping and storage) as the actual samples.

Long distance transport, including overnight air freight, is possible without the samples thawing if precautions are taken. Well-constructed commercial coolers or insulated boxes further lined with 2.5 cm styrofoam have been sufficient in keeping samples frozen for 1-2 days, depending on the seasonal temperature. However, it is important that the samples start out well frozen. A layer of frozen cooler packs, ice or dry ice, covering the samples helps keep the temperatures near 0°C.

Pre-Analysis Sample Preparation

Processing soil samples prior to analysis is required for representative subsampling. Unprocessed samples may have a total weight as high as 2 kg whereas residue analysis only requires 10-50 g of soil. However, it is essential to homogenize the field samples before subsampling. It is difficult to prepare a homogenous fresh sample, especially when the moisture content is high or variable. Therefore, air drying before blending is recommended whenever possible. Owing to possible residue losses of some herbicides by decomposition or volatilization, it is very important to ensure through spiked trials that there is no loss or consistently low loss of the herbicide through air drying. An insulated dark room or chamber with a dehumidifying system on maximum should be maintained at room temperature (20°C) for relatively fast (2-4 days) drying to a moisture level of approximately 5 %. It is important to exclude sunlight from the drying room to prevent photolytic decomposition of the residues. Subsequent blending and sieving will provide fine particles or powder which can be mixed thoroughly for controllable subsampling.

Organization is the key to processing samples efficiently. The procedures for air drying and subsequent processing are described as follows:

1) Label data sheets (Table 5), drying trays and sample bags with a unified coding system

designed to facilitate efficient sample handling.

2) Line the drying trays with clean aluminum foil ahead of time to speed the actual sample handling.

3) Weigh the frozen samples in the bags and spread on the trays to dry.

4) Subtract the weight of the bags to yield the total fresh weight of the samples.

5) Crumble the samples into fine pieces after they have thawed and partially dried (after about 12 hours in the drying room) to facilitate subsequent homogenization.

6) Once dry, transfer all samples into prelabelled sample bags and weigh.

7) The bag weight subtracted from this yields the gross dry weight of the samples.

8) Remove rocks from the samples, scrape them clean of soil particles and place in separate discard containers for later weighing. The surface areas of rocks contributing to the adsorption of herbicide residues in soils is negligible relative to that of the smaller soil particles (Table 6).

9) Use a heavy duty stainless steel Waring Blender to pulverize air dried soils.

10) Sift the blended soils through a 2.00 mm mesh sieve with a cover and collection pan. The 2 mm mesh was selected to correspond with the maximum particle diameters defined for mineral soil (Table 6).

11) Repeat the process of blending (2 minutes) the portion of sample retained in the sieve, and sieving. Use a spatula for breaking up clumps of soil missed by the blender blade.

12) When no breakable clumps are retained by the sieve, transfer the soil samples from the collection pans into prelabelled sample bags and transfer the retained gravel to the appropriate discard containers.

13) Weigh gravel and rocks collected in the discard containers and subtract the weights from the gross dry weights to yield the net air-dried weights of each sample.

14) Wash the sieve assemblies and blender containers sequentially in appropriate solvents and water between samples.

Pre-analysis preparation in a properly equipped field lab is recommended when long-distance or delayed shipping to the analytical lab is expected. Several benefits are derived from processing samples at a field lab, including:

1) Better protection against residue degradation is offered by immediately air-drying the samples over storing frozen fresh samples.

2) Freezing facilities become unnecessary. However, when prolonged storage prior residue analysis is expected, store air-dried samples under refrigeration to further protect the integrity of the samples.

3) Between-sampling periods for field crews can be better utilized by processing samples.

4) Bulk and weight of the samples is reduced for shipping.

Reporting Herbicide Residues in Soil

The significance of the new soil residue reporting method, calculating µg/mL soil or kg/ha rather than the traditional µg/g soil, enables a direct comparison with herbicide application rates (kg/ha) and with

Table 5. [illegible] e data sheet for soil preparation

[illegible]bicide Experiment - Sample Log

Experiment Number: _____

Active Ingredient: _____

Application Date: _____

Lab Sample No.:

Fresh Sample:

Sample Code:

Date Sampled:

Post-Spray Days:

Sample Description:

Weight: Sample (g):
Bag (g):

Net Sample (g):

Date Prepared:

Air Drying:

Weight: Sample (g):

Bag (g):

Total Sample (g):

Discard (g):

Net Sample (g):

Date Blended:

Operators Initials:

Water Content (%):

Table 6. Soil particle classification and their calculated surface areas.

Conventional Name	USDA Classification (Briggs 1904) Diameter Upper Limit (mm)	Total Surface Area (cm^2/mL)	Total Surface Area (cm^2/g)*	International Classification (Lyons et al. 1952) Diameter Upper Limit (mm)	Total Surface Area (cm^2/mL)	Total Surface Area (cm^2/g)*
Very Coarse Sand	2.00	30	11.3			
Coarse Sand	1.00	60	22.6	2.0	30	11.3
Medium Sand	0.50	120	45.2			
Fine Sand	0.25	240	90.4	0.2	300	113
Very Fine Sand	0.10	600	226			
Silt	0.05	1200	452	0.02	3000	1130
Clay	0.002	30000	11300	0.002	30000	11300
Discarded Pebbles	20	3	1.13	20	3	1.13
	10	6	2.26	10	6	2.26

* Calculations based on an average mineral soil density of 2.65 (Robinson 1949).

phytotoxicity data (µg/mL) generated from greenhouse studies. Once the analytical results (µg/g soil) are available, convert them to kg/ha or µg/mL (mg/L) using the following procedure:

1) The soil sample is taken from a defined area (A cm^2) and depth (D cm).

2) The weight of the whole core is W g.

3) The residue from an aliquot of soil sample weighed for residue analysis is reported as ppm (µg/g).

4) The sample Bulk Density B (g/cm^3) = W g / [A (cm^2) x D (cm)]

5) To convert from µg/g to kg/ha:
ppm (µg/g) x W (g) / A (cm^2) x 10^{-9} kg/µg x 10^8 cm^2/ha = (ppm x W) / (A x 10) (kg/ha)

6) To convert from µg/g to g/mL (or mg/L):
ppm (µg/mL) = ppm (µg/g) x B (g/cm^3)

7) To convert from µg/mL to kg/ha:
kg/ha = ppm (µg/mL) x D cm / 10

A protocol for reporting on other aspects of herbicide research methods and results (such as site description and data format) was described in detail by the Pesticides Division, EPS (1985).

HERBICIDE RESIDUES IN FOLIAGE AND LEAF-LITTER

Scope

This procedure describes collection of leaf and leaf-litter samples at desired intervals. The establishment of collection nets and methods of sample collection, packaging, shipping and storage are described.

Summary

Techniques have been recently developed for studies on herbicide residue persistence in leaves and leaf-litter. Herbicide intercepted by leaves after foliar application in the autumn may persist and be transported onto the forest floor as leaf-litter. Although traditional methods for initial foliage sampling before and immediately after herbicide application remain appropriate, the collection of leaf-litter during senescence has been improved. The collection mesh described elevates fallen leaf-litter, thus precluding contamination of the leaves from residue on the forest floor. The size of the collection surface is not limited and can be easily adjusted to accommodate plots having low leaf densities to yield an estimated sample size of at least 100 g for residue analysis, which requires 20-50 g per subsample.

Residue values from leaf foliage and litter are reported on a weight to weight (ppm) basis.

Equipment and Materials

Equipment and materials required for foliage and leaf-litter sampling include:

1) Hammer
2) Ax
3) Knife
4) Chainsaw
5) Insulated shipping boxes (see page 8)
6) Cooler packs, ice or dry ice
7) Wooden stakes (4 x 4 x 60 cm)
8) Carpet tacks
9) 2 mm Nylon mesh (60-80 cm widths)
10) String
11) Plastic bags (36 x 53 cm)
12) Marking pens
13) Vinyl gloves

Preparations for Foliage and Leaf-Litter Collection

Plots should be selected to collect a desired representation of the weed species to be studied. Establish plots for collecting fresh foliage separate from plots for collecting leaf-litter. For leaf-litter collection, install nylon mesh after herbicide application in order to minimize potential sample contamination. Mesh is easily installed without disturbing target vegetation when it forms a high canopy. However, when the target species forms a low canopy, mesh installation should precede application to avoid disturbing treated target vegetation. In order to maintain sample representation, keep the plots away from the edges of the treatment blocks. Remove all non-target species from the plots, leaving only the target vegetation to be studied. Select plots for foliage collection (involving tree removal) separately to provide a full canopy above leaf-litter plots. Hang mesh for leaf-litter collection from stakes so that it is elevated at least 10 cm above ground surface (Fig. 12) in order to clear any twigs, roots or debris. In plots under large overstory, lay out the mesh in greater than 10 m strips, with access lanes between strips. In small brush areas, fit the mesh around stems to maintain a straight strip by cutting the mesh and later tying the cuts closed with string (Fig. 13). Mesh in a low canopy area installed prior to herbicide application should be protected with plastic sheets during application whenever feasible. Remove the protective sheets about 2-3 hours following herbicide application when the herbicide has dried on the foliage. When the protective sheets are not used, remove all leaf-litter from the collection mesh immediately prior to herbicide application to prevent residue dilution of subsequent samples by untreated materials.

Foliage and Leaf-Litter Collection and Packaging

A sampling schedule should be selected to accommodate leaf senescence in autumn. Collect samples at 2-3 week intervals as late into the season as leaves remain on the target species, and ending when the amount of leaf-litter sample is insufficient for analysis (less than 100 g dry weight).

Fig. 12. Plot for residue collection in willow and alder leaf-litter.

Fig. 13. Plot for residue collection in salmonberry leaf-litter.

Foliage samples near the time of aerial herbicide application usually need to be collected live from standing vegetation. In areas of tall overstory target species, sampling is facilitated by felling a representative tree. For zero-time samples, wait a period sufficient to allow the herbicide to dry on the foliage (0.5 - 1 hour) prior to felling. Collect a balanced proportion of foliage from top-of-crown, mid-crown and below-crown positions.

Precautions should be taken to prevent sample contamination of both living foliage and leaf-litter samples. Wear vinyl gloves during collection and replace for each replicate sample. Use double sample bags to protect from puncture and on-site contamination. Fold the outer bag over the lip of the inner sample bag to prevent contact of sleeves and other non-sample materials with the inner surface of the sample bag. After collection, discard the outer bag, replace with two fresh ones, and remove air from the bags before tying closed. Triple-bagging samples is necessary to reduce possible puncture and subsequent cross-contamination during transport. Chill samples immediately after, and freeze within several hours of collection.

Shipping and Storage

Procedures for shipping and storage are similar to those described on page 8.

ACKNOWLEDGEMENTS

Financial support and manpower for studies leading to development of sampling techniques were provided by Canadian Forestry Service (CFS) including the Forest Pest Management Institute (FPMI), Pacific Forestry Centre (PFC), the British Columbia Forest Resource Development Agreement, and CFS Maritimes, and British Columbia Ministry of Forests (BCMOF), Ontario Ministry of Natural Resources (OMNR), Monsanto and Dupont. The Campbell soil auger used in these studies was designed, constructed and donated by R. Campbell (OMNR). Other individuals who contributed to the development of sampling techniques include D. Embree and J. Conrad (CFS Maritime), H. Benskin, J. Pollack, B. D'Anjou and F. Pendl (BCMOF), J.F. Manville (PFC), D. DeKoven (V.A. Poulin and Assoc. Ltd.), N. Payne, P. Staznik, P. Kingsbury, P. Reynolds and Prasad (FPMI), D.N. Roy (University Toronto), G. Stephenson and K. Solomon (University of Guelph), W.A. Sexsmith (Environment New Brunswick), C. McIntosh and A. Brown (Dupont), and J. Cowell and D. Duncan (Monsanto). The excellent service of the Word Processing Unit at FPMI was greatly appreciated.

* Authors' current addresses

1. Joseph Feng, Research Scientist, Northern Forestry Centre, 5320-122 Street, Edmonton, Alberta T6H 3S5
2. Herbert Klassen, Senior Technician, V.A. Poulin & Associates Ltd., 2153 West 46th Ave., Vancouver, B.C. V6M 2L2

REFERENCES

Amchem. 1972. Aerial drift control with the MICROFOIL boom. Amchem Products, Inc., Tech. Serv. Data Sheet 1/72, Ambler, Pa.

Apperson, C.S.; Leidy, R.B.; Eplee, R. Carter, E. 1980. An efficient de for collecting soil samples for pe cide residue analysis. Bull. Environm. Contam. Toxicol. 25:55-58.

Bannink, D.W.; Poelstra, P.; Frissel, M.J. 1977. An installation for transport and accumulation studies on undisturbed soil columns under controlled conditions. Neth. J. Agric. Sci. 25:126-133.

Barring, U.; Torstensson, U. 1983. An example of the mobility of hexazinone on a slope. Swedish Weed Conf. 24:311-325.

Briggs, L.J. 1904. The centrifugal method of soil analysis. U.S. Dept. Agric. Bureau Soils, Bull. 24.

Brown, G.W. 1980. *Forestry and water quality*. Oregon State University Book Stores Inc., Corvallis, Ore.

Cline, M.G. 1945. Methods of collecting and preparing soil samples. Soil Sci. 59:3-5.

Coile, T.S. 1936. Soil samplers. Soil Sci. 42:139-142.

Harrington, K.C.; Rolston, M.P.; Ivens, G.W. 1982. Movement of hexazinone spots applied to hill slopes. Pages 162-165 IN Proc. 35th N.Z. Weed and Pest Control Conf.

Hormann, W.D.; Karlhuber, B.; Ramsteiner, K.A.; Eberle, D.O. 1974. Soil sampling for residue analysis. Pages 129-140 IN Proc. Eur. Weed Res. Com. Symp. Herbicides - Soil, 1973.

Kieley, K.M.; Ernst, W.R. 1984. An assessment of the potential for drift during forestry herbicide use. Environ. Protection Serv., Atlantic Region. EPS-5-AR-84-3.

Lyon, T.L.; Buckman, H.O.; Brady, N.C. 1952. The nature and properties of soils. 5th edition. The MacMillan Co., New York.

Neary, D.G.; Bush, P.B.; Douglass, J.E. 1983. Off-site movement of hexazinone in stormflow and baseflow from forest watersheds. Weed. Sci. 31:543-551.

Newton, M.; Howard, K.M.; Kelpsas, B.R.; Danhaus, R.; Lottman, C.M.; and Dubelman, S. 1984. Fate of glyphosate in an Oregon forest ecosystem. J. Agric. Food Chem. 32:1144-1151.

Pesticides Division, EPS. 1985. Protocol for small-scale plot studies adapted from R-1-222 (Agriculture Canada, R-1-222. Guidelines for determining environmental chemistry and fate of pesticides). EPS, Environment Canada, Ottawa, Ont.

Peter, C.J.; Weber, J.B.; 1985. Adsorption and efficacy of Trifluralin and Butralin as influenced by soil properties. Weed Sci. 33:861-867.

Pledger, D.J. (date not given). A sampling manual for herbicide residues. Alberta Environ., Pollution Contr. Div., Pesticide Chem. Br., Edmonton, Alta.

Robinson, G.W. 1949. Soils - their origin, constitution and classification. 3rd edition. Thomas Murby and Co., London.

Rother, J.A.; Millbank, J.W. 1983. Implications of soil sampling methods for the acetylene-reduction assay as a measure of nitrogen-fixing potential. Soil Biol. Biochem. 15(3):379-380.

Rueppel, M.L.; Brightwell, B.B.; Schaefer, J.; Marvel, J.T. 1977. Metabolism and degradation of glyphosate in soil and water. J. Agric. Food Chem. 25(3):517-528.

Sieczka, J.B.; Gutenmann, W.H.; Lisk, D.J. 1982. A soil sampling method for use in pesticide leaching studies. Bull. Environm. Contam. Toxicol. 28:358-359.

Smith, A.E.; Hsiao, A.I. 1985. Transformation and persistence of Chlorsulfuron in prairie field soils. Weed Sci. 33:555-557.

USDA. 1984. Analysis of spray deposit cards sensitive to nondyed mixtures. USDA For. Serv., Equip. Devel. Centre, Missoula, Mont.

Wilson, L.E.; Lavy, T.L. 1975. Injecting and sampling equipment for studying mobility of pesticides in a soil profile. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. 39:1009-1011.

Gouvernement du Canada
Government of Canada

Service canadien des forêts
Canadian Forestry Service

Manuel des pratiques de foresterie sur le terrain et en laboratoire pour le prélèvement, le traitement et l'enregistrement d'échantillons de résidus d'herbicide.

J.C. Feng et H.D. Klassen

Rapport d'information FPM-X-72F
Institut pour la répression des ravageurs forestiers

Canada

Manuel des pratiques de foresterie sur le terrain et en laboratoire pour le prélèvement, le traitement et l'enregistrement d'échantillons de résidus d'herbicide

Joseph C. Feng et Herbert D. Klassen

Rapport d'information FPM-X-72F

Institut pour la répression des ravageurs forestiers
Gouvernement du Canada
Service canadien des forêts
C.P. 490
1219 Queen St. East
Sault Ste. Marie (Ontario)
P6A 5M7

1987

©Ministre des Approvisionnements et Services Canada 1987
Numéro de catalogue Fo46-16/72F
1SBN 0-662-94249-3
ISSN 0827-1119

D'autres exemplaires de cette publication peuvent être obtenus sans frais à l'adresse suivante:

Services d'information
Institut pour la répression des ravageurs forestiers
Service canadien des forêts
Gouvernement du Canada
C.P. 490
1219 Queen St. East
Sault Ste. Marie (Ontario)
Canada, P6A 5M7

Une édition sur microfiche de cette publication peut être achetée de:

Micromedia Ltée
158, rue Pearl
Toronto (Ontario)
M5H 1L3

This publication is also available in English under the title *Forestry field and laboratory manual for herbicide residue sampling, sample processing and reporting*.

Table des matières

	Page
LISTE DES FIGURES	V
LISTE DES TABLEAUX	V
INTRODUCTION	I
Portée	2
DÉPÔT DES SOLUTIONS PULVÉRISÉES	2
Portée	2
Résumé	3
Équipement et matériel	
Préparatifs pour la récolte des dépôts des solutions pulvérisées	6
Récolte et emballage des dépôts des solutions pulvérisées	6
Expédition et stockage	8
Extraction des échantillons	8
RÉSIDUS D'HERBICIDE DANS LES EAUX COURANTES	10
Portée	10
Résumé	10
Équipement et matériel	10
Préparatifs pour l'échantillonnage d'eau courante	10
Échantillonnage d'eau courante	11
Expédition et stockage	11
RÉSIDUS D'HERBICIDE DANS LES SÉDIMENTS EN SUSPENSION	11
Portée	11
Résumé	11
Équipement et matériel	12
Prélèvement, filtration et emballage des sédiments en suspension	12
Expédition et stockage	13
RÉSIDUS D'HERBICIDE DANS LES SÉDIMENTS DES FONDS DES COURS D'EAU	13
Portée	13
Résumé	13
Équipement et matériel	13
Préparatifs pour l'échantillonnage	14
Prélèvement et emballage des échantillons	14
Expédition et stockage	14

TABLE DES MATIÈRES (*suite et fin*)

	Page
RÉSIDUS D'HERBICIDE DANS LES SOLS	14
Portée	14
Résumé	14
Équipement et matériel	15
Préparatifs avant l'échantillonnage du sol	16
Prélèvement et emballage d'échantillons de sol à l'aide d'une tarière Campbell	21
Prélèvement et emballage d'échantillons de sol à l'aide d'une tarière à boite	28
Expédition et stockage	28
Préparation des échantillons avant l'analyse	30
Calcul des résidus d'herbicide dans les sols	32
RÉSIDUS D'HERBICIDE DANS LE FEUILLAGE ET LA LITIÈRE	33
Portée	33
Résumé	33
Équipement et matériel	33
Préparatifs pour l'échantillonnage de feuillage et de litière	33
Échantillonnage et emballage du feuillage et de la litière	34
Expédition et stockage	34
REMERCIEMENTS	34
OUVRAGES DE RÉFÉRENCE	37

Liste des figures

Figure		Page
1.	Installation d'un collecteur à papier d'aluminium pour recueillir les dépôts de solutions pulvérisées	4
2.	Emballage des échantillons provenant du collecteur à papier d'aluminium	5
3.	Technique d'extraction des résidus dans des collecteurs à boîtes de Pétri	7
4.	Méthode d'extraction des échantillons d'herbicide des collecteurs à papier d'aluminium	9
5.	Parcelle pour le prélèvement de résidus dans les sols	18
6.	Tarière Campbell	19
7.	Tarière à boîte	20
8.	Insertion d'une tarière Campbell	24
9.	Installation d'un papier d'aluminium pour protéger la base d'une tarière Campbell	26
10.	Divisions d'une carotte de sol prélevée à l'aide d'une tarière Campbell	27
11.	Subdivision d'une carotte prélevée à l'aide d'une tarière Campbell	29
12.	Parcelle pour la récolte de résidus dans de la litière de saule et d'aulne	35
13.	Parcelle pour la récolte de résidus dans de la litière de ronce remarquable	36

Liste des tableaux

Tableau		
1.	Étiquetage des sacs d'échantillons de sol pour l'analyse des résidus d'herbicide	22
2.	Feuille de données pour l'échantillonnage de résidus dans les sols dans le cas où il faut séparer les horizons de sol organiques et minéraux	22
3.	Feuille de données pour l'échantillonnage de résidus dans les sols dans le cas où on n'a pas à séparer les échantillons organiques et minéraux	23
4.	Données sur l'épaisseur du sol reflétant la compaction du sol par suite de l'insertion d'une tarière Campbell	28
5.	Feuille de données pour la préparation des sols	31
6.	Classification des particules de sol et superficies calculées	32

Introduction

Pour pouvoir homologuer de nouveaux herbicides destinés à être utilisés dans les forêts du Canada, il est nécesaire d'obtenir des données sur le devenir des résidus des herbicides dans l'environnement, notamment leur persistance, leur transformation biochimique, leur mobilité et leur déplacement dans une diversité de composantes forestières et de substrats. De plus, pour obtenir des permis provinciaux d'utilisation d'herbicides nouvellement homologués, il faut réaliser d'autres études sur leur devenir dans l'environnement dans les conditions locales. À cause de la jeunesse relative de la recherche dans le domaine des herbicides destinés à être utilisés en forêt au Canada, les techniques de prélèvement, de préparation et d'enregistrement d'échantillons de résidus d'herbicide sont généralement des adaptations de celles qui sont utilisées dans le cadre d'études agricoles. Cependant, les caractéristiques des forêts, différentes de celles des terres agricoles, rendent difficile l'application des techniques agricoles.

Il est nécessaire de choisir les techniques appropriées de prélèvement de résidus afin d'obtenir les données nécessaires sur le devenir dans l'environnement des herbicides destinés à être utilisés en forêt, notamment dans les cas de: 1) la récolte des dépôts de solution pulvérisée sur la cible et ailleurs, 2) la dissipation des résidus dans les eaux courantes et les sédiments, 3) la persistance et la transformation biochimique des résidus dans le sol et le feuillage, et 4) le lessivage des résidus et le déplacement latéral vers l'aval dans les sols. Les résultats obtenus dans le cadre d'études récentes sur le glyphosate (Roundup®) et l'hexazinone (Velpar®), faites par l'Institut pour la répression des ravageurs forestiers en collaboration avec le ministère des Forêts de la Colombie-Britannique, le Service canadien des forêts – Maritimes, le Centre de foresterie du Pacifique et le ministère ontarien des Ressources naturelles, ont permis d'améliorer les techniques de prélèvement, de manipulation et d'enregistrement des résidus d'herbicide en zone forestière. Lors de l'épandage aérien d'herbicides destinés à être utilisés en forêt dans certaines régions sensibles sur le plan environnemental, les grosses gouttelettes fournies par les systèmes à rampe MICROFOIL®[1] et THRU-VALVE BOOM®[2] ont permis de mieux contrôler la dispersion des gouttelettes qui n'atteignent pas la cible que les plus petites gouttelettes fournies par les systèmes classiques de pulvérisation à rampe et à buses (Amchem, 1972). La nouvelle technique de prélèvement mise au point a permis d'empêcher la perte des échantillons qui se produisait lorsque les grosses gouttelettes s'écrasaient sur les plaques (Kieley et Ernst, 1984) et les cartes (USDA, 1984) installées pour récolter les dépôts de solutions pulvérisées. Deux autres dispositifs de récolte des dépôts de solutions pulvérisées, mis au point pour des tailles de gouttelettes plus petites et conçus pour des mesures différentes, sont également décrits dans le présent manuel.

Les régimes de transport des sédiments dans les cours d'eau de bassins versants boisés plus abrupts sont différents de ceux des cours d'eau plus lents, typiques des régions agricoles, en ce qui concerne leur capacité de déplacer des particules de sédiments plus grosses. La sélection de techniques d'échantillonnage appropriées est nécessaire afin de pouvoir recueillir des résidus adsorbés à ces sédiments.

Les techniques d'échantillonnage des sols forestiers et les méthodes d'enregistrement des résidus (Neary et collab., 1983; Newton et collab., 1984) ont été jusqu'ici des adaptations de celles qu'on utilise pour les sols agricoles relativement homogènes. Ces techniques d'échantillonnage non volumétriques ne sont pas appropriées vu l'hétérogénéité des sols forestiers non perturbés. La densité apparente des divers sols forestiers présente des différences évidentes et des variations importantes en fonction des horizons de sol et des emplacements géographiques. Les valeurs de résidus données autrement qu'en fonction de la superficie (kg/ha) ou du volume (mg/L) ne permettent pas d'établir des comparaisons adéquates entre divers sols forestiers. Les valeurs de résidus d'herbicide obtenues par échantillonnage du sol et analyse chimique sont souvent données sous forme d'un

1. Marque déposée de Union Carbide, Ambler, Pa.
2. Marque déposée de Waldrum Specialties Inc., Ambler, Pa.

rapport poids/poids (µg/g) (Barring et Torstensson, 1983; Neary et collab., 1984; Smith et Hsiao, 1985), alors que les valeurs de résidus sont souvent données en fonction de la superficie (kg/ha) lorsqu'elles sont obtenues à l'aide de techniques de bioessais (Harrington et collab., 1982; Peter et Weber, 1985) ou à l'aide de calculs dans les eaux de ruissellement réalisés par des écologistes (Rueppel et collab., 1977). La difficulté d'interprétation des diverses unités de mesure montre qu'il est nécessaire de conserver une certaine uniformité de présentation pour les valeurs de résidus.

La nécessité de donner des valeurs de résidus dans les sols sous forme d'un rapport poids/superficie (kg/ha) apparaît évidente lorsqu'on doit comparer les quantités d'herbicides appliquées (kg/ha) à la persistance des résidus, ainsi que le mouvement latéral des résidus dans le sol par rapport au niveau initial de résidus provenant du dépôt de solutions pulvérisées (kg/ha) qui ont dérivé par suite d'un épandage aérien. Une nouvelle technique d'échantillonnage de sol, mise au point lors d'études récentes, permet de transformer les données traditionnelles exprimées en poids/poids (µg d'ingrédient actif [i.a] / g de sol) en forme standard exprimée en poids/superficie (kg/ha) ou poids/volume (mg d'i.a. / L de sol). La technique comporte un facteur de correction pour les valeurs individuelles de résidus en fonction de la densité apparente qui est liée à une grande part de la variation de la porosité du sol, de la densité des minéraux et de la matière organique, et de leur composition physique dans divers horizons de sol et à divers endroits. Les aménagistes forestiers et les organismes de réglementation pourront alors comparer directement les données sur les résidus obtenues pour diverses zones forestières, divers moments d'échantillonnage et divers taux d'application.

Il y a quelques aspects importants de l'échantillonnage de résidus d'herbicide dont le présent manuel ne traite pas, notamment: a) les techniques d'application des herbicides, qui sont particulières aux herbicides, les systèmes de dispersion et les conditions sur le terrain, b) le plan statistique et expérimental pour la randomisation, la répétition et la durée de l'échantillonnage, qui doivent être déterminés en fonction des objectifs de l'étude et c) les techniques analytiques de détermination de la teneur en résidus, spécifiques à la nature des échantillons, lesquelles sont modifiées fréquemment pour produire des résultats précis et reproductibles. Ces aspects ont cependant déjà été étudiés en détail et des références et des guides pertinents sont facilement disponibles.

Le principal objectif de ce manuel est de fournir aux forestiers et aux chercheurs sur le terrain des techniques leur permettant d'obtenir des échantillons environnementaux fiables et certaines mesures préanalyses particulièrement importantes qui permettront de pousser plus loin le traitement, l'évaluation et la comparaison des données généralement produites par les analyses en laboratoire.

Portée

Ce document traite en particulier, sauf indication contraire, des techniques d'obtention d'échantillons fiables de résidus dans le cadre d'études environnementales réalisées en forêt sur l'hexazinone et le glyphosate épandus par avion. Cependant, les techniques décrites peuvent également s'appliquer à d'autres résidus de pesticides et à des études sur leur devenir dans l'environnement. Les matériaux et les méthodes, notamment la préparation des parcelles d'échantillonnage et le prélèvement, l'emballage, l'expédition et le stockage des échantillons sont décrits pour l'évaluation des dépôts de solutions pulvérisées et la surveillance de résidus d'herbicides dans cinq substrats forestiers: cours d'eau, sédiments en suspension, sédiments du fond de cours d'eau, sols, et feuillage/litière. Les préparatifs à réaliser avant l'analyse des dépôts de solution pulvérisées et des échantillons de sol et l'enregistrement des données de résidus pour tous les substrats sont également décrits.

Dépôts de solutions pulvérisées

Portée

On retrouve dans la présente section une description de la récolte des dépôts d'herbicide épandu par avion. La préparation de l'équipement, l'emballage, le stockage, l'expéditionet l'extraction des échantillons sont également décrits.

Résumé

Trois types de collecteurs sont décrits pour la récolte des dépôts de solutions pulvérisées sur

les cibles et hors cible par divers pulvérisateurs utilisés lors des épandages aériens en forêt. Il s'agit 1) de collecteurs à papier d'aluminium, 2) de boîtes de Pétri doublées de papier filtre et 3) de grandes feuilles de Teflon. Les collecteurs à papier d'aluminium (400 cm^2; figures 1 et 2) ont été conçus pour la pulvérisation à l'aide d'un système classique à rampe et buses qui produit des gouttelettes relativement petites recouvrant une gamme importante du spectre de gouttelettes.

L'utilisation de ce type de collecteur présente de nombreux avantages: stockage et expédition plus faciles et surface de collection plus grandes que celle de 50 cm^2 traditionnellement utilisée; ou diminue ainsi la variation causée par l'arrivée sur la cible ou non de gouttelettes plus grosses, dont le nombre est relativement plus faible. Les résidus d'herbicide sont aussi extraits facilement des feuilles en papier d'aluminium.

Les boîtes de Pétri (15 cm de diamètre) sont conçues pour les gouttelettes extrêmement grosses (supérieure à 1 700 µm) produites par les MICROFOIL BOOMS et les THRU-VALVE BOOMS. L'énergie de l'impact des plus grosses gouttelettes doit être absorbée afin de prévenir les pertes par éclaboussement. Les deux couches de papier filtre au fond de la boite de Pétri aident à absorber cet impact. Le papier filtre et la nature des parois des boîtes de Pétri permettent également de diminuer le risque de coalescencedes dépôts et d'écoulement au cas ou les boîtes ne seraient pas parfaitement horizontales.

Les feuilles de Teflon pour recueillir les dépôts des solutions pulvérisées (300 cm de superficie) sont conçues pour permettre de surveiller la dérive des solutions sur les distances plus grandes nécessaires au calcul des équations décrivant la configuration de la dérive et à la modélisation informatique de cette dérive. Ces calculs peuvent comprendre plusieurs variables et divers types de sytèmes de dispersion. La superficie plus grande des feuilles de Teflon et le fait qu'elles soient proches du sol représentent mieux l'accumulation sur le sol ou dans l'eau que ne le font d'autres types de collecteurs. Ces feuilles de Teflon sont difficiles à manipuler sans qu'il n'y ait intercontamination sur le terrain et ans le laboratoire d'analyse; l'extraction des échantillons nécessite l'utilisation de grandes quantités de solvants. Les collecteurs en Teflon sont donc recommandés seulement lorsqu'il s'agit de réaliser des études statistiques très précises. La description d'autres méthodes de surveillance de la dérive des solutions pulvérisées, notamment les appareils de récolte en forme de feuillage, les appareils aérosols à rotors (Payne et Feng)[1] et divers types d'impacteurs de matières solides et liquides dépasse le cadre du présent manuel.

Les résultats des analyses de résidus d'herbicide réalisés sur les dépôts prélevés sont calculés en poids par superficie (µg d'i.a./cm^2 de superficie du collecteur) et convertis en kg d'i.a./ha.

Équipement et matériel

L'équipement et le matériel nécessaires pour l'évaluation des dépôts d'herbicides sont les suivants:

1) Collecteurs à papier d'aluminium (figure 1)
   - Boîtes de pétri en verre (150 sur 15 mm avec couvercle)
   - Feuilles de Teflon ou de Mylar (30 sur 100 cm)
2) Boîtes d'expédition isolées
3) Sacs réfrigérants, glace ou glace sèche
4) Instruments météorologiques :
   - Anénomètre
   - Thermographe enregistreur au sol et à 2 m de hauteur
   - Hygromètre (humidité)
   - Pluviomètre
   - Indicateur de la direction du vent
5) Papiers filtres Whatman n°114, qualitatif, résistant à l'eau (15,0 cm de diamètre)

1. N.J. Payne; Feng, J.C. 1986. Estimating the buffer required around water during Roundup applications. Can. For. Serv. Forest Pest Management Institute. Inf. Rep. Sault Ste. Marie, Ontario P6A 5M7. In preparation.

Figure 1. Installation d'un collecteur à papier d'aluminium pour recueillir les dépôts de solutions pulvérisées.

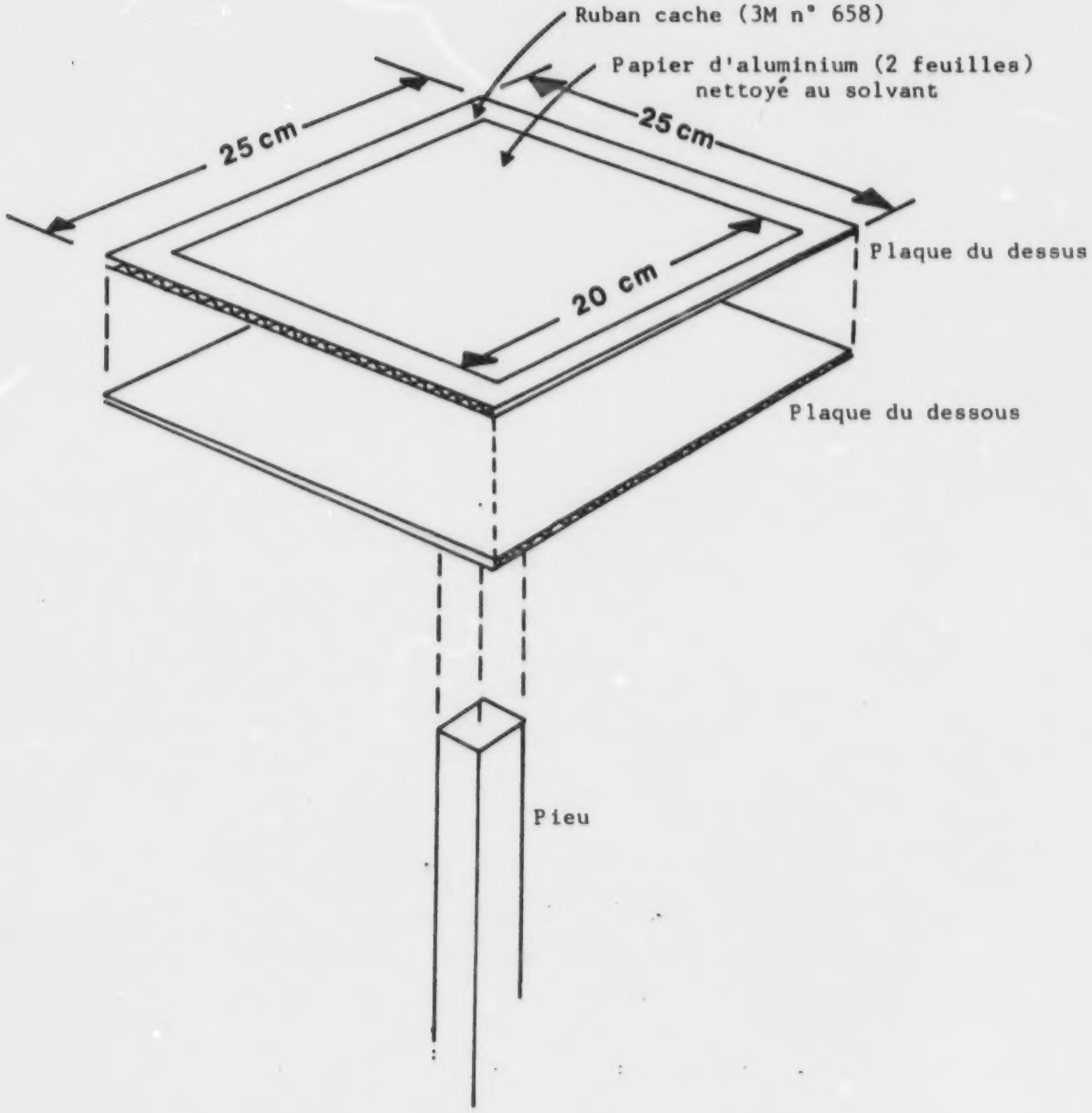
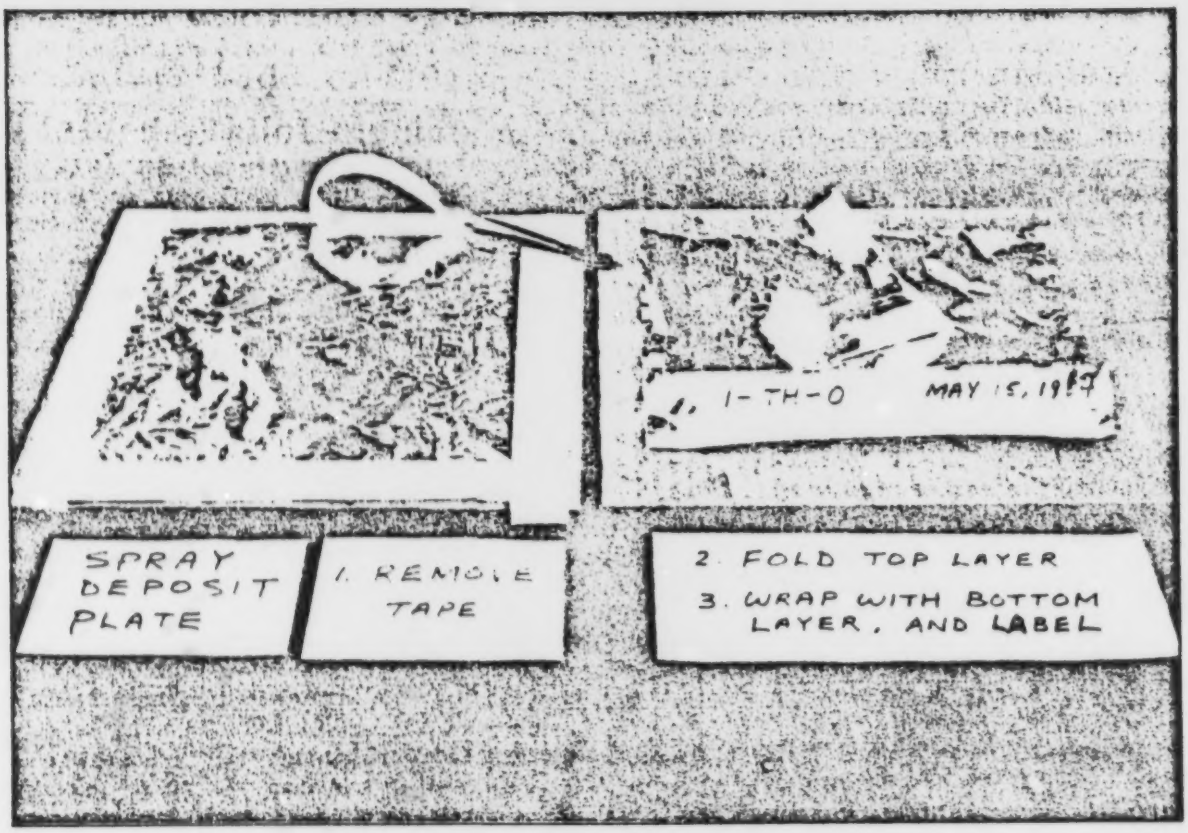


Figure 2. Emballage des échantillons provenant du collecteur à papier d'aluminium.



6) Ruban cache

7) Marqueurs

8) Gants de vinyle

9) Pinces

10) Serviettes de papier

L'équipement et le matériel requis pour l'extraction de l'herbicide dans un laboratoire de terrain ou un laboratoire d'analyse sont les suivants:

1) Entonnoir Buchner de 15 cm (Porcelaine, Coors, numéro de catalogue Canlab F7300-9)

2) Appareil d'aspiration

3) Évaporateur rotatif sous vide (optionnel, selon le type d'extraction et de technique de nettoyage)

4) Entonnoir en verre (20 cm de diamètre)

5) Fiole de filtrage (dont la taille dépend du volume de solution de lavage utilisée)

6) Bouteilles en Teflon (0,5 ou 1 L) ou bouteilles Nalgene à large embouchure (Nalge 2107)

7) Mélangeur mécanique (type réciproque, à 2 ou 3 vitesses)

8) Pinces

9) Bouteille de lavage (500 mL, Canlab B7895-500)

10) Fiole à fond rond (dont la taille dépend du volume de solution de lavage utilisée)

11) Solvants appropriés compte tenu de l'herbicide à extraire

12) Gants de vinyle jetables

13) Baguettes de mélange en verre

Préparatifs pour la récolte des dépôts des solutions pulvérisées

Les collecteurs à papier d'aluminium sont composés d'une plaque inférieure et d'une plaque supérieure de récolte (figure 1). On peut fabriquer ces plaques à l'aide de carton ondulé de 25 sur 25 cm. Recouvrir ensuite la plaque supérieure de deux feuilles propres (rincées avec les solvants appropriés) de papier d'aluminium (22 sur 22 cm) collées aux extrémités de la feuille supérieure à l'aide du ruban cache, pour que la surface de récolte soit de 20 sur 20 cm. Après avoir fixé la plaque inférieure au pieu à l'aide d'un clou à tapis, fixer ensemble les deux plaques à deux angles opposés, avec de petits bouts de ruban cache.

Les collecteurs fabriqués à partir de boîtes de Pétri nécessitent l'insertion de deux papiers filtres dans chacune des deux boîtes (base et couvercle) (figure 3). Les papiers doivent être légèrement plus gros que le diamètre intérieur des boîtes pour qu'ils restent bien en place lorsqu'on les replie légèrement le long des parois intérieures. Fixer du ruban cache sur les parois extérieures des boîtes en le faisant dépasser pour couvrir le rebord, de manière à ce qu'on puisse conserver une surface de contact non contaminée, sous le ruban, essentielle lorsqu'il s'agira de placer les deux boîtes l'une sur l'autre durant le transport et le stockage après la récolte des échantillons. Étiqueter la base et le couvercle avant de les transporter au site.

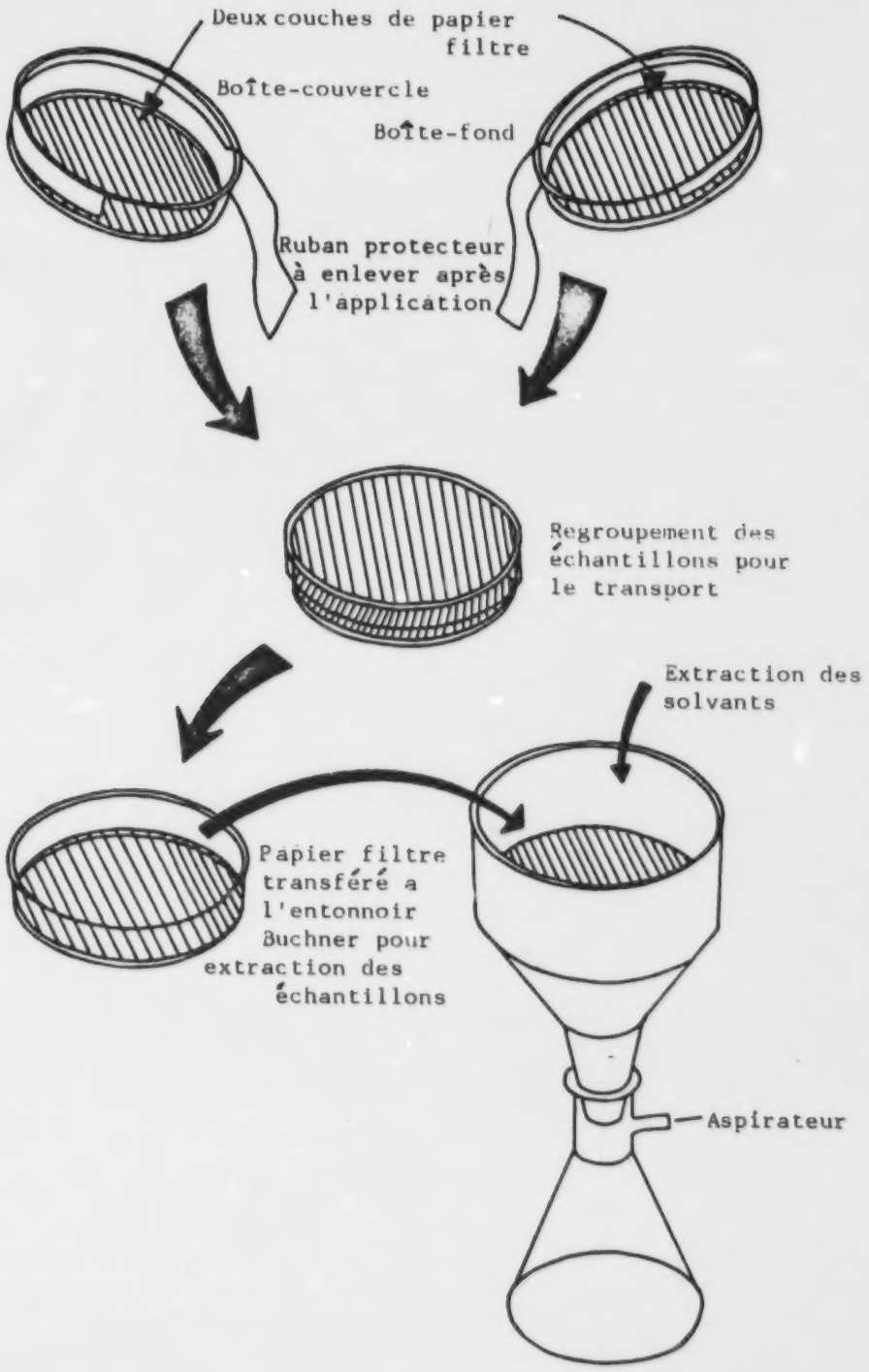
Les collecteurs à feuilles de Teflon sont fabriqués de la même manière que ceux en papier d'aluminium sauf qu'ils sont plus grands.

Il est important d'établir une station météorologique à proximité des parcelles expérimentales. En effet, les conditions météorologiques, notamment la température de l'air, l'humidité relative et la vitesse et direction du vent au moment de l'application, jouent un grand rôle dans la façon dont les solutions d'herbicide se déposeront. La connaissance de ces conditions météorologiques permet de comparer les résultats obtenus à ceux obtenus pour diverses applications et divers endroits.

Récolte et emballage des dépôts des solutions pulvérisées

Lorsqu'il s'agit de connaître le taux réel d'application aérienne d'herbicide pour des endroits précis, on peut combiner les dépôts sur un groupe de plusieurs collecteurs afin d'obtenir un dépôt moyen. Le regroupement d'échantillons semblables peut être nécessaire afin qu'il y ait suffisamment de résidus pour permettre des analyses fiables et des résultats précis. Ainsi, la mise en commun d'échantillons provenant de quatre collecteurs à boîtes de Pétri ou à papier d'aluminium, ou d'un collecteur à feuilles de Teflon, par sol ou par parcelle, permet de calculer des dépôts moyens pour l'ensemble des

Figure 3. Technique d'extraction des résidus dans des collecteurs à boîtes de Pétri.



parcelles. Il faut placer les collecteurs le long des quatre côtés de la parcelle, au milieu, en prenant soin de ne pas les placer sous un obstacle. Enfoncer des pieux de façon à laisser 25 cm au-dessus du sol dans le cas des collecteurs à papier d'aluminium. Pour les collecteurs à boîtes de Pétri ou en Teflon, niveler une petite superficie de sol à chacune des stations.

Laisser sécher (environ 20 à 30 minutes après l'application) les dépôts d'herbicide sur les collecteurs à papier d'aluminium avant de les manipuler. Enfiler des gants propres en vinyle et se munir de pinces pour enlever le ruban à la surface des collecteurs (figure 2) en prenant soin de ne pas faire toucher la feuille d'aluminium à des objets contaminés. Plier la feuille du dessus contenant les échantillons et l'enveloppe avec la feuille d'aluminium du dessous. Placer dans des sacs en plastique étiquetés séparement (25 sur 40 cm). Placer immédiatement les échantillons dans un contenant froid.

Dans le cas des appareils à boîtes de Pétri, ouvrir les boîtes juste avant l'application d'herbicides et les placer horizontalement sur plusieurs couches de papier absorbant posé sur le sol. L'utilisation de papier absorbant permet d'éviter que de la solution pulvérisée tombant juste à côté des plaques n'éclabousse les dépôts des collecteurs. Amasser les échantillons tout de suite après l'application afin d'éviter les pertes par volatilisation. Enlever le ruban protecteur contaminé des parois extérieures des boîtes; la surface de contact entre le couvercle et la base sera propre. On peut prévenir la contamination des surfaces nouvellement exposées par le port de gants propres en vinyle et par l'utilisation de pinces pour enlever le ruban. Lorsque le ruban a été enlevé, placer la boîte-couvercle sur la boîte-fond correspondante; les deux échantillons sont ainsi mélangés. Les échantillons sont prêts à être transportés après avoir été placés dans un sac en plastique bien fermé. Les caisses dans lesquelles les boîtes de Pétri ont été livrées conviennent bien pour le transport. Placer les échantillons dans un contenant froid immédiatement après les avoir emballés.

Expédition et stockage

Quelques heures après les avoir récoltés, faire congeler les échantillons. Les emmagasiner à une température inférieure à -10°C jusqu'au moment de l'extraction afin de minimiser la décomposition chimique des herbicides récoltés. Afin de minimiser la manipulation des échantillons, les conserver dans les caisses durant le stockage. Transporter les échantillons dans des boîtes froides commerciales bien construites ou dans des boîtes isolées (carton ciré de 40 sur 50 sur 60 cm avec isolation et doublé de styromousse de 2,5 cm d'épaisseur) recouvertes d'une couche de sacs réfrigérants gelés, de glace ou de glace sèche afin que les échantillons restent à une température inférieure à 0°C.

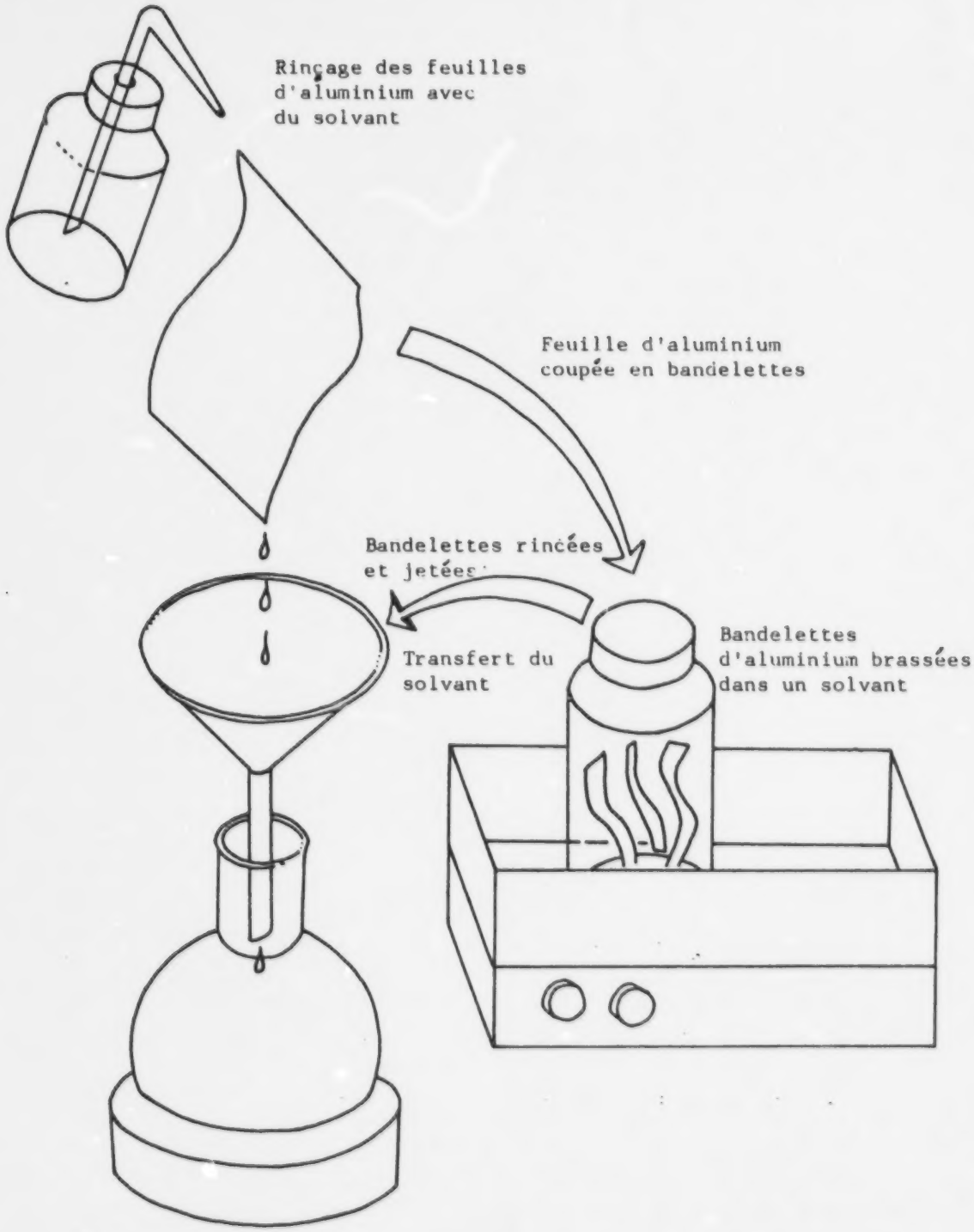
Il faut évaluer la dégradation des résidus durant le stockage des échantillons si cela n'a pas été déjà fait. Cette dégradation peut être évaluée en utilisant des échantillons fortifiés à qui on fait subir le même traitement (congélation, expédition et stockage) que celui que subissent les autres échantillons réels.

Extraction des échantillons

On extrait les échantillons de dépôts en rinçant plusieurs fois les feuilles d'aluminium à l'aide du ou des solvants convenant à l'herbicide concerné (figure 4). Placer ensuite le solvant, à l'aide d'un entonnoir, dans une fiole à fond rond. Après les premiers rinçages, déchirer le papier d'aluminium en bandes à l'aide de pinces et avec des gants propres en vinyle, placer ces bandelettes dans une bouteille en Teflon (ou Nalgene). Faire attention de ne pas utiliser d'autres types de bouteilles avec les pesticides autres que le glyphosate et l'hexazinone, à moins de réaliser des tests montrant que l'adsorption ou la désorption des produits chimiques est insignifiante. Ajouter du solvant à la bouteille puis, tour à tour, traiter aux ultrasons et brasser à l'aide d'un brasseur mécanique pour une durée déterminée. Transférer les extraits à la fiole à fond rond et répéter l'extraction deux ou trois fois. Retirer les bandelettes d'aluminium de la bouteille et faire un rinçage final en versant la solution de rinçage dans la fiole à fond rond. Ajouter ensuite des solvants d'extraction pourobtenir un volume normalisé ou concentrer les extraits d'échantillons de dépôts à l'aide d'un évaporateur rotatif sous vide.

L'extraction des échantillons de dépôt sur les collecteurs à boîtes de Pétri comporte la réinsertion des papiers filtres dans un montage à entonnoir Buchner (figure 3). Rincer les boîtes

Figure 4. Méthode d'extraction des échantillons d'herbicide des collecteurs à papier d'aluminium.



de Pétri vides à l'aide des solvants d'extraction qui conviennent à l'herbicide en question et ajouter la solution de rinçage à l'entonnoir Buchner.

Extraire ce qui reste d'échantillons sur les papiers filtres dans l'entonnoir Buchner plusieurs fois sous pression réduite puis les jeter. Ajouter du solvant au filtrat, ou concentrer, pour obtenir un volume standardisé prêt à être analysé. La méthode décrite ci-dessus permet d'extraire rapidement et efficacement les échantillons sans trop de manipulations.

L'extraction des échantillons de dépôts sur les collecteurs en feuilles de Teflon est semblable à l'extraction dans le cas des feuilles d'aluminium. Couper la feuille de Teflon en carrés plus petits avant le premier rinçage, puis en bandelettes avant d'extraire les échantillons par traitement aux ultrasons et brassage à l'aide d'un brasseur mécanique.

Résidus d'herbicide dans les eaux courantes

Portée

Nous décrivons ici le prélèvement d'échantillons d'eau courante dans le cas d'échantillons ponctuels et d'échantillons amalgamés, prélevés à des moments différents. Les méthodes de prélèvement d'échantillons, de manipulation, de transport et de stockage sont décrites.

Résumé

Les teneurs en résidus d'herbicide dissous dans les eaux courantes varient en fonction de la quantité qui y entre provenant de l'épandage aérien, de la dérive et du ruissellement, de l'effet de dilution du débit du cours d'eau et du degré de dégradation et de réadsorption des résidus entre la source et le point d'échantillonnage. Il faut donc réaliser les échantillonnages subséquents aux mêmes endroits que les précédents.

La surveillance d'un cours d'eau au-dessus duquel ont été épandus des herbicides doit comporter le prélèvement fréquent d'échantillons d'eau et leur regroupement sur de courtes périodes (par exemple 1 heure) durant les 6 à 12 premières heures afin d'aplanir les irrégularités des concentrations causées par de légères variations dans le débit de l'épandage. Grâce au regroupement des échantillons, le nombre des analyses nécessaires est réduit, ce qui permet de diminuer les coûts. Dans le cas de la surveillance de la contamination des cours d'eau par ruissellement des résidus, identifier les orages en déterminant d'avance un niveau seuil d'après le débit du cours d'eau et les données des précipitations, selon les objectifs précis du projet de recherche.

Les résultats d'analyse de résidus des cours d'eau sont donnés en poids/volume (mg/L ou ppm, P/V).

Équipement et matériel

L'équipement et le matériel nécessaires pour le prélèvement d'échantillons d'eau sont les suivants:

1) Cylindre gradué (200 mL)
2) Caisses isolées d'expédition (voir page 8)
3) Sacs réfrigérants, glace ou glace sèche
4) Bouteilles d'échantillons d'eau (1 L - Teflon ou Nalge 2002)
5) Ruban cache
6) Marqueurs
7) Pieux de bois (4 sur 4 sur 120 cm)

Préparatifs pour l'échantillonnage d'eau courante

Les bouteilles en Teflon ou Nalgene peuvent être utilisées tant pour les échantillons d'hexazinone que pour ceux de glyphosate. Il n'y a aucune preuve d'adsorption par les parois de ces types de bouteilles. Il n'est pas nécessaire d'acidifier les échantillons avant de les entreposer. Dans le cas d'autres herbicides ou pesticides, il faudrait vérifier si les matériaux des bouteilles conviennent et si le traitement à l'acide est nécessaire. Avant de réaliser des prélèvements d'eau, bien laver les bouteilles à échantillons à l'aide d'un solvant approprié (par exemple laver avec du méthanol pour l'hexazinone et de l'eau distillée pour le glyphosate). Écrire sur un morceau de ruban cache plutôt que directement sur la bouteille, parce qu'ils pourraient s'effacer, les renseignements suivants : numéros de

l'expérience, de l'emplacement et de l'identification de l'échantillon, date et moment du prélèvement et nom du chercheur. Marquer l'emplacement de l'échantillonnage en enfonçant dans la rive un pieu portant le numéro de la station.

Échantillonnage d'eau courante

Le moment de l'échantillonnage devra être choisi en fonction du temps écoulé depuis l'application de l'herbicide et de la phase de l'hydrogramme d'orage (c'est-à-dire l'augmentation et la diminution du débit du cours d'eau en fonction du temps pour un orage donné). Effectuer les prélèvements d'échantillons d'eau avant l'application et chaque heure après l'application en diminuant progressivement la fréquence de l'échantillonnage qui deviendra journalière, hebdomadaire, puis mensuelle. De plus, pour la surveillance d'orage ou la surveillance à long terme, choisir une phase reconnaissable d'un hydrogramme d'orage dont le débit seuil sera tel qu'il y aura un nombre prévisible minimum d'orages supérieurs à ce seuil durant la période d'échantillonnage. La consultation de rapports réalisés au site ou d'une station météorologique locale permettra d'obtenir des données sur les précipitations ou le débit. Réaliser d'abord l'échantillonnage quotidiennement puis diminuer à un rythme hebdomadaire lorsque ce débit seuil est atteint.

Pour obtenir un échantillon d'eau intégré dans le temps, il faut remplir une bouteille de 1 L avec des échantillons aliquots prélevés à intervalles réguliers. Par exemple, prélever 150 mL à des intervalles de 10 minutes afin d'obtenir un échantillon intégré de 900 mL pour 1 heure. Les échantillons prélevés par cette méthode doivent être mesurés à l'aide d'un cylindre gradué avant d'être ajoutés à la bouteille de 1 L.

Le prélèvement d'un échantillon d'eau à un moment donné comporte le remplissage de la bouteille d'eau avec de l'eau représentative du cours d'eau à cette station.

Il faut prendre des précautions pour empêcher la contamination des échantillons. Ne pas se mettre les mains dans la trajectoire de l'eau versée dans la bouteille. Éviter de prélever de l'eau qui a été perturbée; prélever des échantillons plus en amont. Pour de plus amples renseignements sur la façon de choisir les sites et la réplication des échantillons, voir Pledger (sans date). Intégrer également les échantillons d'eau selon la profondeur en abaissant et en remontant de façon répétée les bouteilles de la surface au fond de la colonne d'eau. Lorsque la bouteille est pleine, enlever suffisamment d'eau afin que le niveau soit juste sous le col de la bouteille (environ 900 mL), de manière à laisser 10 % d'espace pour éviter des bris durant la congélation. Placer immédiatement les échantillons dans un contenant froid et congeler pas plus de quelques heures après.

Expédition et stockage

Les précautions à prendre pour le transport et le stockage sont semblables à celles déjà décrites à la page 8. Si les bouteilles sont mises debout pour la congélation, aucune bosse rendant la manipulation plus facile n'apparaîtra au fond des bouteilles.

Résidus d'herbicide dans les sédiments en suspension

Portée

Cette technique permet de prélever et d'isoler des particules de sol suspendues dans des cours d'eau. La quantité d'eau filtrée pour obtenir les sédiments sert à calculer les résidus d'herbicide par volume. Nous décrivons également ici l'emballage, l'expédition et le stockage des échantillons.

Résumé

Les résidus d'herbicide qui se lient à des particules de sol peuvent être transportés par l'action fluviale dans le fond du lit d'un cours d'eau ou en suspension dans la colonne d'eau. Les teneurs en sédiments en suspension varient à l'intérieur d'un système, en fonction du débit du cours d'eau, du stade, de la séquence relative de l'orage dans le cycle annuel et peut-être du rythme d'évaluation du cours d'eau (Brown, 1980). Le prélèvement d'échantillons d'eau à des stades et des intervalles uniformes dans les hydrogrammes d'orages choisis permet de surveiller chronologiquement les modifications des teneurs en résidus d'herbicide transportés par les sédiments en suspension. Les méthodes décrites ici peuvent également s'appliquer à des

échantillonnages ponctuels, par exemple immédiatement après le traitement avant un orage, tel que décrit ci-dessus pour l'échantillonnage d'eau courante.

Des volumes connus d'eau sont filtrés afin d'isoler les sédiments en suspension. La filtration peut être réalisée dans un laboratoire de terrain afin de n'avoir à expédier que l'échantillon (gelé) se trouvant sur le papier filtre au laboratoire d'analyse. La quantité de résidus obtenue lors de l'analyse ultérieure peut ensuite être liée au volume d'eau filtré; on obtient ainsi des valeurs poids/volume (mg/L) ou poids/poids (µg/g).

Équipement et matériel

L'équipement et le matériel nécessaires pour prélever des échantillons de sédiments en suspension sont les suivants:

1) Chaudières de plastique de 12 L et couvercles
2) Cylindre gradué de 1 L
3) Fiole à vide de 1 L
4) Entonnoir Buchner de 15 cm (Porcelaine, Coors, n° Canlab F7300-9)
5) Dispositif d'aspiration
6) Bécher de 500 mL
7) Boîtes d'expédition isolées (voir page 8)
8) Sacs réfrigérants, glace ou glace sèche
9) Papiers filtres Whatman n° 114 (270 ou 320 mm de diamètre)
10) Marqueurs
11) Sacs en plastique (25 sur 40 cm)
12) Gants en vinyle jetables

Prélèvement, filtration et emballage des sédiments en suspension

Commencer à réaliser tout programme d'échantillonnage de prélèvement de sédiments en suspension au moment d'une phase reconnaissable d'un hydrogramme d'orage afin de permettre les comparaisons entre deux orages. L'échantillonnage à des phases ou intervalles uniformes dans les hydrogrammes d'orage (par exemple sur la courbe ascendante de l'hydrogramme ou à x jours après le débit maximal) permet de minimiser les variations intratempête dans les charges de sédiments échantillonnées. Choisir un débit critique ou débit seuil pour le point où commence l'échantillonnage, fondé par exemple sur la fréquence du retour de l'orage (soit la fréquence prévue d'un débit donné, d'après les anciens débits), ou sur un niveau de débordement. Choisir un débit seuil approprié afin de permettre qu'il y ait un nombre minimal d'orages à surveiller. En plus d'utiliser le débit seuil pour commencer l'échantillonnage durant l'orage, s'en servir également comme début du programme d'échantillonnage après l'orage.

La quantité de sédiments en suspension dans les échantillons est fonction du volume d'eau filtrée. Dans des sytèmes où des quantités relativement importantes de sédiments sont transportées, de plus petits volumes d'eau peuvent suffire à obtenir des quantités suffisantes d'échantillons de sédiments pour l'analyse des résidus d'herbicide et à éviter de saturer trop de papiers filtres par échantillon. Dans les cours d'eau de bassins versants boisés, il peut être nécessaire de filtrer de 20 à 40 L d'eau pour obtenir un échantillon adéquat de sédiments en suspension, d'après nos expériences sur le terrain. Pour que l'analyse des résidus soit réalisable, il faut que les échantillons renferment au moins 0,1 µg d'hexazinone et 0,2 µg de glyphosate par échantillon. Par exemple, dans les cas ou les échantillons de sédiments renferment 0,1 ppm (poids/poids) de résidus, il faut au moins 1 g et 2 g, respectivement, de sédiments pour pouvoir les analyser.

Plusieurs précautions doivent être prises lors de la collecte d'échantillons de sédiments ensuspension afin qu'ils soient bien représentatifs. Utiliser des récipients et des couvercles propres lavés au solvant et éviter de faire entrer en contact des objets contaminés avec leurs surfaces intérieures. Éviter de contaminer l'eau par exemple avec les mains ou avec des vêtements, juste avant qu'elle ne s'écoule dans les contenants. S'assurer que les sédiments du fond du cours d'eau, qui remontent dans la colonne d'eau lorsqu'ils entrent dans le courant d'eau, ne soient pas échantillonnés, en prélevant des échantillons plus loin en amont.

Les échantillons intégrés selon la profondeur sont plus représentatifs des eaux du cours d'eau que ne le sont les échantillons prélevés seulement à la surface.

Afin d'éviter la désorption des résidus, le filtrage de l'échantillon doit être effectué immédiatement après le prélèvement. Plier le papier filtre et le placer sur le fond d'un bécher de 15 cm de diamètre avant de l'insérer dans l'entonnoir Buchner en prenant soin d'éviter toute intercontamination. Mesurer le volume d'eau échantillonné avant de filtrer à l'aide de l'appareil à vide. Les sédiments en suspension décanteront en fonction de la densité des particules et du temps écoulé. S'assurer que les sédiments accumulés au fond des récipients sont également filtrés en rinçant ces récipients avec des échantillons d'eau déjà filtrés. Après la filtration, enlever le papier filtre à l'aide de pinces et le laisser sécher un peu à l'air. Plier ce papier filtre, le placer dans un sac en plastique étiqueté et l'attacher. Mettre les échantillons dans trois sacs afin d'empêcher toute contamination. Placer immédiatement les échantillons dans un récipient froid et les faire congeler pas plus de quelques heures après la filtration afin de minimiser la décomposition de l'herbicide. Si des échantillons d'eau distincts ne sont pas prélevés, il faut alors recueillir des aliquots de 1 L de filtrat d'eau et les analyser pour permettre les comparaisons.

Expédition et stockage

Les méthodes d'expédition et de stockage sont semblables à celles qui sont décrites à la page 8.

Résidus d'herbicide dans les sédiments des fonds des cours d'eau

Portée

Nous décrivons ici deux techniques de prélèvement d'échantillons de sédiments sur les fonds des cours d'eau, qu'il s'agisse de cours d'eau à écoulement lent ou rapide. Nous décrivons les méthodes de prélèvement, de manipulation, d'expédition et de stockage des échantillons de sédiments.

Résumé

Il existe au moins trois modes de transport des résidus d'herbicide dans les cours d'eau: 1) dissous dans l'eau, 2) liés à des sédiments en suspension, 3) liés à la charge de fond (les particules plus grosses qui se déplacent dans le fond du cours d'eau) ou aux sédiments du fond. Les résidus peuvent s'accumuler le long du cours d'eau, notamment dans les régions d'accumulation où les sédiments du fond forment des barres et où les sédiments en suspension décantent. Il peut y avoir également accumulation de résidus là où des résidus dissous viennent en contact avec des sédiments stationnaires et s'y collent. Les résidus adsorbés sur les particules de sol sont essentiellement transportés durant les orages ce qui fait que le prélèvement d'échantillons de sédiments doit être réalisé en fonction de la fréquence des orages afin de minimiser la variabilité des échantillons (voir page 12). Un calendrier d'échantillonnage approprié serait semblable à celui utilisé pour l'échantillonnage de l'eau des cours d'eau (page 11).

Nous décrivons deux méthodes de prélèvement des sédiments qui seront utilisées selon les consistances de ces sédiments. En effet, un carottier convient pour le prélèvement de sédiments fins, par exemple ceux qu'on retrouve le long des sections plus calmes d'un cours d'eau. Dans le cas de sections de cours d'eau en forêt où le courant est plus rapide et les sédiments plus grossiers et moins cohésifs, il convient mieux de prélever directement les échantillons dans une bouteille à échantillonner.

Les valeurs des résidus d'herbicide associées aux sédiments des fonds des cours d'eau sont données en poids/poids (µg/g).

Équipement et matériel

L'équipement et le matériel nécessaires pour l'échantillonnage des sédiments des fonds des cours d'eau sont l'un ou l'autre des deux ensembles suivants:

Méthode du carottier pour les sédiments cohésifs:

1) Échantillonneur (Wildco n° 2420-G55; 5 cm de diamètre, 15 cm de longueur de carotte)
2) Boîtes d'expédition isolées (voir page 8)
3) Sacs réfrigérants, glace ou glace sèche

4) Tubes chemises (5 cm de diamètre sur 15 cm de longueur, Wildco)
5) Couvercles de tubes chemises (15 cm de diamètre, Wildco)
6) Extracteurs coquille d'oeuf (Wildco)
7) Sacs de plastique (25 sur 40 cm)
8) Marqueurs
9) Pieux de bois (4 sur 4 sur 120 cm)

Méthode de la bouteille pour les sédiments plus grossiers:

1) Bouteilles à ouverture large (Nalge 2107, 250 mL)
2) Boîtes isolées (voir page 8)
3) Sacs réfrigérants, glace ou glace sèche
4) Ruban cache
5) Marqueurs
6) Pieux de bois (4 sur 4 sur 120 cm)

Préparatifs pour l'échantillonnage

Avant de commencer le prélèvement d'échantillons de fond de cours d'eau, apposer des bandes de ruban cache sur les bouteilles lavées au solvant et y inscrire les numéros d'identification de l'expérience, du site et de l'échantillon, la date et le moment du prélèvement et le nom du chercheur. Installer des pieux étiquetés aux sites d'échantillonnage pour permettre de les retrouver plus tard.

Prélèvement et emballage des échantillons

Méthode du carottier

Insérer un carottier préassemblé, propre, composé d'un tube chemise, des couvercles, et de l'extracteur coquille d'oeuf dans le substrat du cours d'eau. Pour extraire, faire tourner et remonter doucement; l'échantillon se trouvera dans le tube chemise. Prendre bien soin d'empêcher toute contamination lors de la pose du couvercle des tubes en évitant de toucher l'échantillon avec des objets contaminés et en plaçant l'échantillon dans trois sacs. Mettre immédiatement les échantillons dans un récipient froid et faire congeler pas plus de quelques heures après le prélèvement.

Méthode de la bouteille

Il est nécessaire de prendre certaines précautions pour empêcher la contamination de l'échantillon lors du prélèvement du sédiment du fond d'un cours d'eau à l'aide d'une bouteille. Rincer la bouteille étiquetée et le couvercle dans le cours d'eau trois fois avant de prélever un échantillon. Choisir un endroit d'accumulation de sédiments fins sous la surface du cours d'eau et ramasser des sédiments à l'aide de la bouteille. S'assurer que les sédiments de l'échantillon ne viennent pas en contact avec des mains contaminées ou avec des sédiments perturbés par la pénétration dans le cours d'eau. Enlever tout gros débris organique de l'échantillon. Avant de refermer la bouteille, enlever autant d'eau que possible. Placer immédiatement les échantillons dans un récipient froid et faire congeler pas plus de quelques heures plus tard.

Expédition et stockage

Les méthodes utilisées pour l'expédition et le stockage sont semblables à celles qui ont été décrites en page 8.

Résidus d'herbicide dans les sols

Portée

Nous décrivons ici les techniques utilisées pour le choix d'un site, les préparatifs avant l'échantillonnage, le prélèvement des échantillons et l'enregistrement des résultats, l'emballage, le stockage et l'expédition des échantillons ainsi que la préparation des échantillons avant l'analyse. Nous décrivons également une méthode améliorée d'enregistrement des résultats obtenus.

Résumé

Le plan d'étude pour l'évaluation des résidus d'herbicide dans un sol devrait permettre de s'assurer que les échantillons prélevés sont représentatifs de la région traitée. Bien que la description des plans d'étude pour la représentation statistique dépassait le cadre du présent manuel, nous proposons des lignes directrices pour le choix des calendriers d'échantillonnage appropriés, de l'équipement d'échantillonnage et des sites des parcelles afin de permettre d'obtenir une bonne représen-

tation. Il est également nécessaire d'empêcher toute intercontamination des échantillons et dégradation des résidus afin de préserver la représentativité de ces échantillons. L'intercontamination entre des échantillons de sol peut être minimisée par l'utilisation des techniques d'échantillonnage et d'emballage décrites ici. Nous traitons aussi de la minimisation de la dégradation des résidus d'herbicide dans les échantillons au cours de l'expédition et du stockage.

Après l'analyse des échantillons, il est nécessaire de calculer les valeurs de résidus afin qu'elles soient représentatives de la région traitée pour permettre les comparaisons entre des échantillons ou des études. On peut appliquer un facteur de correction aux données analytiques présentées en poids/poids (µg/g) en calculant les densités apparentes des échantillons à partir des superficies, des profondeurs et des poids totaux des échantillons de sol connus, ce qui permet de convertir les valeurs en poids/superficie (kg/ha) et donne des valeurs de résidus comparables peu importe les horizons, les types de sol et les régions. Le sous-échantillonnage vertical décrit dans la présente section sert à tenir compte des divers horizons de sol et de leur densité apparente différente.

Équipement et matériel

L'équipement et le matériel nécessaires pour l'échantillonnage de sols sont les suivants:

1) Tarière Campbell (acier renforcé; voir figure 6)
2) Tarière à boîte (acier; voir figure 7)
3) Masse (1 kg ou 5 kg)
4) Truelle pour la tarière à boîte
5) Pelle
6) Récipient à eau (20 L)
7) Sac à dos
8) Truelle à extrémité arrondie (4,5 cm de rayon)
9) Règle
10) Ciseaux
11) Scalpel
12) Bouteille de lavage (500 mL, Canlab n° B7895 - 500)
13) 3 pinceaux (2,5 cm de largeur)
14) 2 brosses (5 sur 15 cm)
15) Calculatrice (non obligatoire)
16) Tournevis à tête plate
17) Table de travail (0,5 sur 1 m au minimum)
18) Pinces
19) Eau de rinçage (environ 2 L par échantillon)
20) Serviettes de papier Kraft (environ 30 par échantillon)
21) Papier d'aluminium (coupé d'avance en bandelettes de 15 sur 30 cm)
22) Ruban cache
23) Marqueurs
24) Sacs en plastique: 25 sur 40 cm (15 sacs étiquetés par station d'échantillonnage 36 sur 53 cm (un par carotte)
25) Sacs à résidus en tissu (34 sur 60 cm; un par carotte)
26) Feuilles de données
27) Feuilles en plastique pour recouvrir la table de travail (par exemple sacs à poubelle découpés)
28) Gants jetables en vinyle
29) Pieux de bois (4 sur 4 sur 120 cm)

L'équipement et le matériel nécessaires pour l'emmagasinage et le transport sont les suivants:

1) Installation de congélation
2) Boîtes d'expédition isolées (voir page 8)
3) Sacs réfrigérants, glace ou glace sèche

L'équipement et le matériel nécessaires pour les préparatifs avant l'analyse sont les suivants:

1) Salle de séchage (sombre, température minimale d'environ 15° C)
2) Déshumidificateur (modèle Viking 30271)
3) Étagères dans la salle de séchage

4) Plateaux de séchage (environ 35 sur 50 sur 1 cm)

5) Balance (3 kg, précise à 1 g)

6) Mélangeur commercial: base (Waring n° S-6l643-50); récipients (Waring, 1 L et 4 L, acier fort)

7) Salle pour le mélange équipée d'une hotte

8) Protège-oreilles

9) Installation de lavage des appareils

10) Tamis (Tyler n° 10; 2,0 mm)

11) Spatules (diverses tailles)

12) Papier d'aluminium

13) Marqueurs

14) Gants jetables en vinyle

15) Sacs en plastique (36 sur 57 cm; renforcés)

16) Masques respiratoires (SAK-102, non tissés)

17) Acétone ou autres solvants pour le nettoyage et le séchage.

Préparatifs avant l'échantillonnage du sol

Le plan d'expérience ne peut être établi qu'après reconnaissance de la région à étudier. Plusieurs facteurs doivent être pris en considération lors du choix des parcelles d'échantillonnage de sol. Par exemple les parcelles servant à l'étude de la persistance et du lessivage vertical devraient être relativement planes afin de minimiser le ruissellement et le mouvement de résidus qui s'ensuit. Les parcelles de sol doivent être situées loin des extrémités des blocs de traitement. Les parcelles doivent être suffisamment grandes pour permettre plus d'échantillonnage que le nombre nécessaire de répétitions (par exemple environ 16 m^2 pour une étude de 2 ans). Le profil de sol ne doit pas être plus perturbé que ce qu'on retrouve dans les pratiques sylvicoles commerciales (Division des pesticides, SPE, 1985) afin qu'elles représentent les conditions typiques. Il faut éviter de choisir des profils de sol qui renferment une grande quantité de roches et de gros graviers afin de minimiser tout biais dans l'analyse, introduit par la perte de résidus adsorbés par ces roches qui ne peuvent être analysées et par la variation des quantités récupérables de particules de sol (moins de 2 mm de diamètre). De toute façon, une tarière durera plus longtemps et l'échantillonnage sera plus facile si l'on évite les régions de roches. Le choix du site doit également être effectué en fonction de la facilité d'accès, compte tenu de la fréquence prévue de l'échantillonnage.

Il faut également choisir le nombre de parcelles et de sites de répétition par parcelle afin de représenter adéquatement une région traitée. Le nombre d'échantillons requis variera en fonction de la nature de l'étude et de la variation de la composition du sol de la forêt. Divers plans expérimentaux ont été exposés en détail par Pledger (sans date) et la Division des pesticides, SPE (1985). Si les sols sont suffisamment uniformes pour qu'on puisse supposer qu'ils sont homogènes dans l'espace à l'intérieur d'une parcelle, le choix de trois parcelles (ou plus) et le prélèvement d'un échantillon dans chacune par échantillonnage pourront être adéquats pour représenter une région soumise à un traitement d'herbicide. De même, les profondeurs d'échantillonnage doivent être appropriées afin de représenter cette région. Choisir une subdivision inférieure située sous la profondeur maximale de lessivage prévue des résidus compte tenu de l'herbicide et de la nature du sol. Un calendrier approprié prévoit le prélèvement journalier d'échantillon avant traitement, au temps zéro et après traitement, suivi d'une diminution du prélèvement qui deviendra hebdomadaire, mensuel puis annuel. Une étude rigoureuse peut comporter 20 échantillonnages dans la première année. La détermination de la persistance de l'hexazinone dans des sols argileux peut nécessiter une étude s'étendant sur 3 ans, ou sur 4 saisons de croissance. Pour déterminer la présence de glyphosate et d'hexazinone dans les sols sableux, l'étude peut devoir porter sur 2 ou 3 saisons de croissance.

La simulation du «pire scénario», compte tenu des conditions d'exploitation locales, a été l'objectif de nombreux plans expérimentaux et études d'homologation des pesticides. Afin d'obtenir la pire situation d'impact d'un herbicide sur les sols par suite de l'épandage aérien au-dessus de la forêt, il convient d'appliquer directement la quantité maximale admissible de cet herbicide sur une portion de sol déboisée. Le déboisement permet également une application plus uniforme parce que la

végétation intercepte partiellement l'herbicide. Pour déboiser, enlever toute la végétation du sous-étage et de l'état dominant à l'aide de scies à chaîne, de scies à broussailles, de tailleurs à haie et de râteaux. Voir à ne pas perturber le profil du sol durant l'opération. Tailler toute végétation qui se trouve à l'intérieur des parcelles d'échantillonnage afin qu'elles aient moins de 1 cm de hauteur et enlever tous les gros débris et les rémanents (figure 5). Enlever la végétation autour des parcelles de sol afin d'empêcher l'interception de la solution pulvérisée et afin de permettre l'accès de tous les côtés des parcelles. Là où le couvert forestier est élevé, l'ouverture du couvert devrait atteindre trois fois ou plus la hauteur des arbres afin de minimiser l'effet de tourbillon durant l'épandage aérien et afin de permettre un traitement uniforme sur toute la parcelle de sol.

Lorsque la parcelle a été dégagée, se servir de pieux pour marquer les limites de la parcelle et identifier les parcelles pour pouvoir les identifier par la suite. Dans le cas d'une étude de résidus portant sur 2 ans, des parcelles de 3 sur 3 m ou 4 sur 4 m sont adéquates. Afin d'empêcher tout déplacement accidentel d'herbicide vers les parcelles causées par le piétinement d'hommes ou de gros animaux comme les cerfs ou les ours, suspendre des clôtures amovibles sur les pieux (figure 5) et y accrocher des fanions pour les rendre plus visibles.

Dans les cas où l'objectif d'une étude est de vérifier l'apport d'herbicide au sol d'une forêt par application initiale et chute de feuilles subséquente, ainsi que d'évaluer sa persistance dans les sols dans des conditions réelles dans une région forestière comprenant un couvert forestier élevé de mauvaises herbes, laisser intact l'étage dominant et ne déblayer que le sous-étage. Des troncs d'arbres peuvent servir de limites de parcelle ou de supports à des clôtures amovibles.

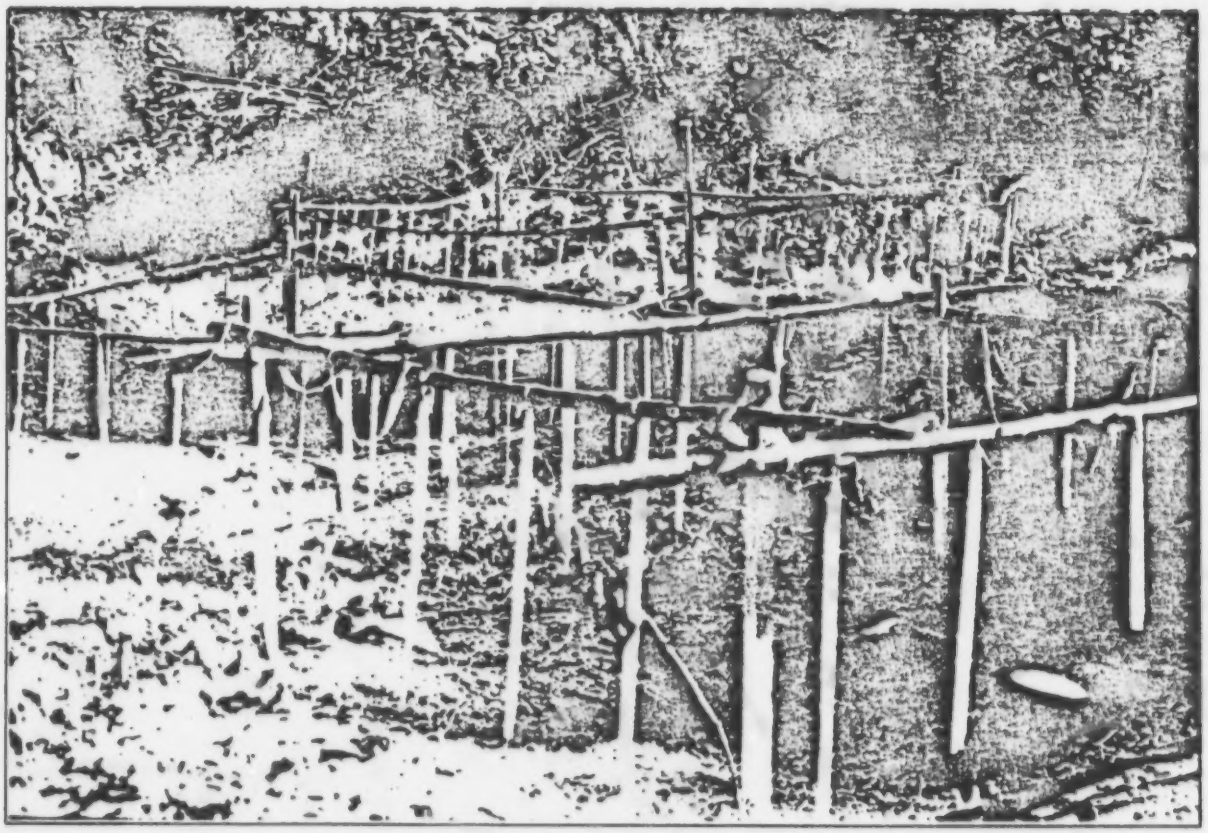
L'évaluation des taux d'accumulation d'herbicide aux parcelles d'échantillonnage permet d'obtenir des taux d'application de base qui pourront être utilisés lors d'analyses subséquentes. Il convient d'utiliser ce taux d'application réel plutôt que le taux d'application nominal, moins précis, estimé à partir de la teneur en ingrédient actif (i.a.) dans le réservoir de mélange, la calibration du système de dispersion, la vitesse et l'altitude de l'avion et le recoupement du balayage. Afin d'évaluer avec précision l'accumulation, choisir 4 endroits où placer les collecteurs, centrés le long des côtés des parcelles (figure 5). Juste avant l'épandage des herbicides, enlever les clôtures et placer les collecteurs tel que décrit à la page 6 dans la section sur la récolte et l'emballage des dépôts de solutions pulvérisées.

Il est nécessaire d'avoir des échantillons prétraitement (ou des échantillons témoins) pour pouvoir réaliser l'analyse de contamination de référence et des mesures de récupération à l'aide d'échantillons dopés. Les échantillons au temps zéro sont absolument nécessaires à l'évaluation de tous les autres échantillons (Division de pesticides, SPE,1985). Il est nécessaire d'analyser le plus tôt possible les échantillons de sol au temps zéro et(ou) les dépôts de solutions pulvérisées afin de confirmer le traitement des parcelles et la nécessité d'un échantillonnage additionnel.

Une grande variété de techniques d'échantillonnage de sol ont été mises au point, destinées surtout aux études de pesticides utilisées en agriculture (Coile, 1936; Cline, 1945; Hormann et collab., 1974; Wilson et Lavy, 1975; Bannink et collab., 1977; Apperson et collab., 1980; Sieczka et collab., 1982; Rother et Millbank 1983; Pledger, sans date). Nous traitons dans la présente section de deux techniques récemment élaborées pour l'échantillonnage de sols forestiers. La nature des sols dans les parcelles expérimentales détermire en grande partie laquelle de ces deux méthodes convient le mieux. Si les sols ont plus de 40 cm de profondeur et si les roches et gros graviers sont peu courants, la technique la plus appropriée est celle qui utilise la tarière Campbell (figure 6). Au contraire, si les sols sont peu profonds ou s'ils renferment une grande quantité de gravier, il faut utiliser une tarière à boîte (figure 7). Il faut également utiliser la tarière à boîte dans le cas d'études ne portant pas sur la distribution des résidus en profondeur, par exemple lorsqu'on désire surveiller le mouvement des résidus emportés par le ruissellement hors du site.

Avant d'échantillonnner le sol, plusieurs préparatifs sont nécessaires:

Figure 5. Parcelle pour le prélèvement de résidus dans les sols.



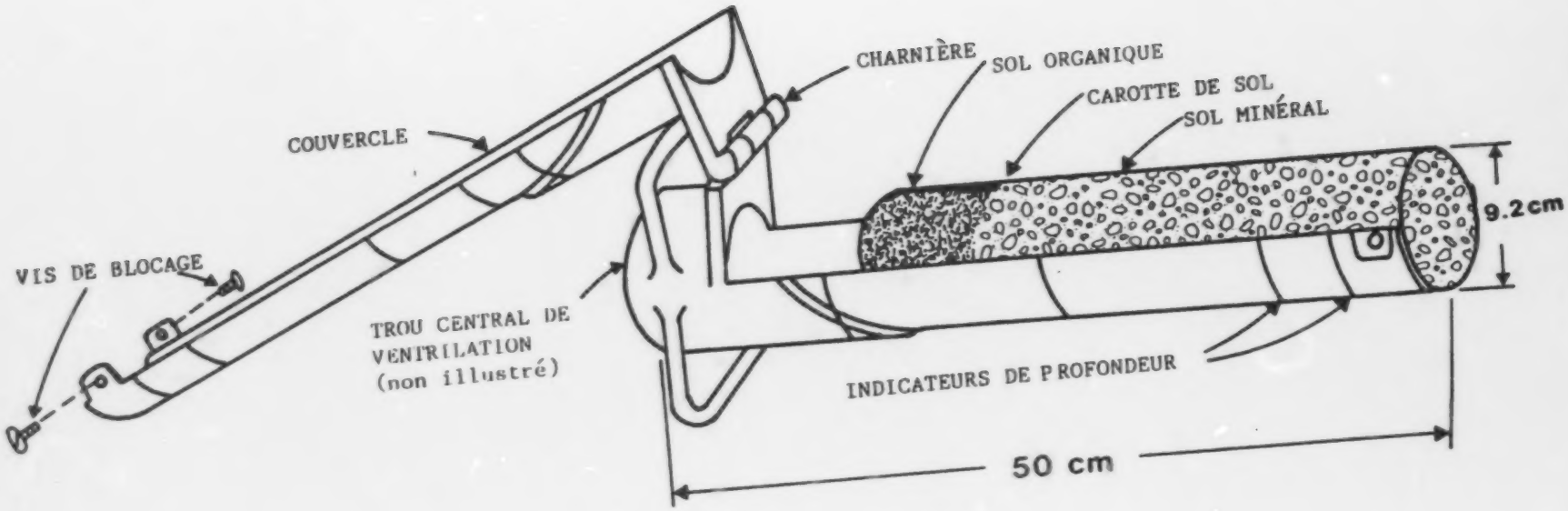
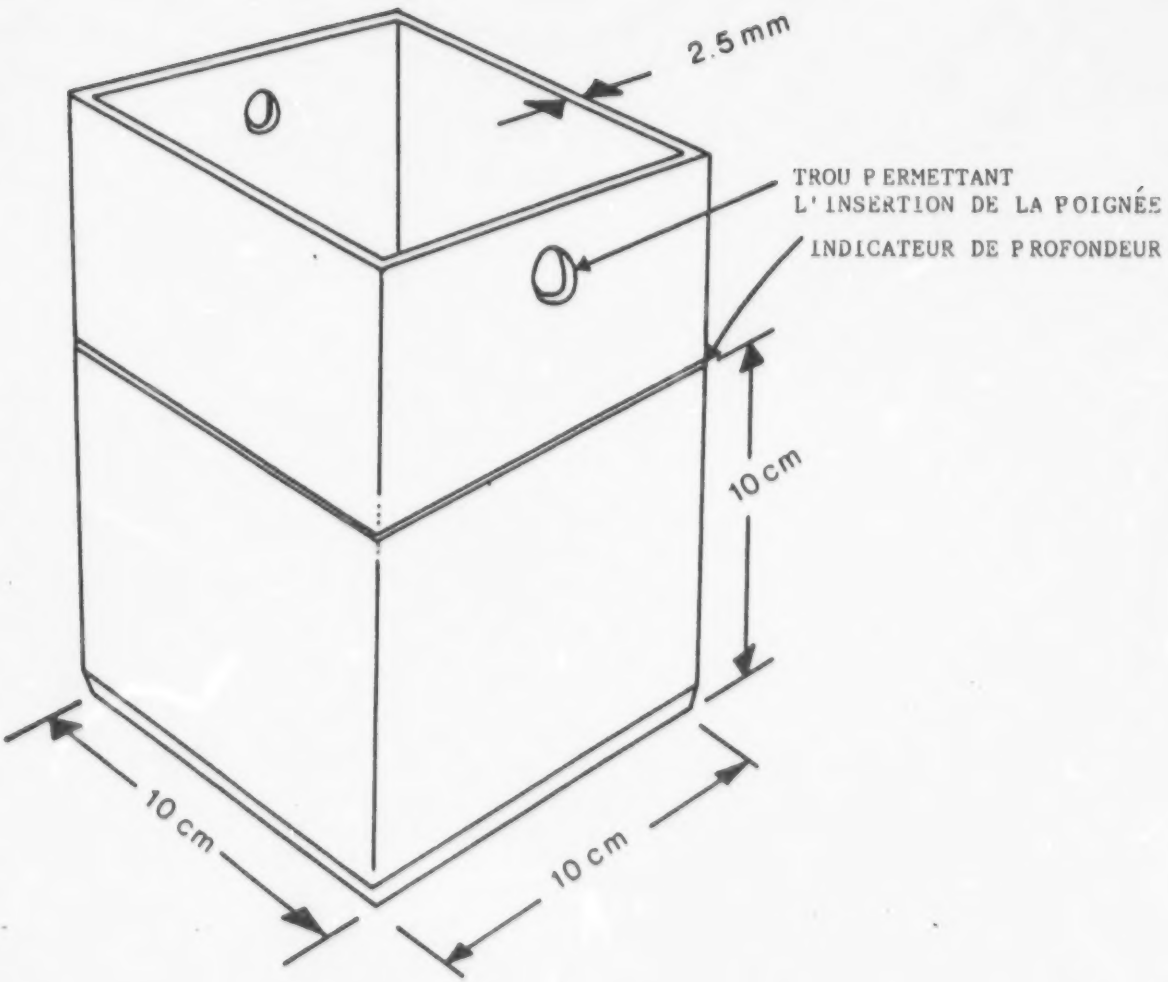


Figure 6. Tarière Campbell.

Figure 7. Tarière à boîte.



1) Étiqueter les sacs d'échantillons (trois par sous-échantillon) en indiquant la date, le lieu, le taux d'herbicide nominal et la date d'application, le numéro d'échantillon et le nom de la personne responsable (tableau 1). On peut également indiquer sur les gros sacs conçus pour renfermer tous les sous-échantillons d'une carotte de sol les sous-échantillons qu'ils contiennent.

2) Si l'on utilise la tarière Campbell, couper du papier d'aluminium en bandes de 15 sur 40 cm. Cet aluminium servira à recouvrir la surface extérieure contaminée de la tarière Campbell.

3) Faire des feuilles de données en prévoyant des colonnes pour les numéros d'échantillons et les profondeurs de l'échantillonnage (tableaux 2 et 3).

4) Si l'on utilise la tarière Campbell, y inscrire les profondeurs désirées pour la subdivision de la carotte de sol (par exemple, correspondant à 0, 5, 15, 30 et 35 cm de la surface du sol si l'on insère la tarière à 40 cm).

5) Bien nettoyer tout l'équipement et tous les instruments qui doivent toucher les échantillons, y compris l'échantillonneur, les ciseaux, le scalpel et les pinces.

6) Ranger tout l'équipement et le matériel dont il a été question dans les sections précédentes dans un contenent permettant de les transporter (par exemple, sac à dos).

Prélèvement et emballage d'échantillons de sol à l'aide d'une tarière Campbell

La technique décrite ici vise à fournir les données nécessaires au calcul du rapport poids/volume ou de la densité apparente des sous-échantillons, et à permettre l'emballage des échantillons sans qu'il y ait contamination provenant d'échantillons adjacents ou d'autres sources. À cause des calculs de valeur des résidus, décrits à la page 31, il est important d'obtenir des rapports poids/volume ou des valeurs de densité apparente du sol.

Commencer l'échantillonnage en bordure des parcelles et se déplacer vers les régions soumises au traitement mais non perturbées au centre des parcelles. Éviter de marcher partout dans la parcelle pour conserver le maximum d'espace non perturbé. Veiller cependant à espacer des échantillons de plus de 40 cm afin de minimiser l'effet de la précipitation qui, en pénétrant dans les trous d'échantillon réalisés précédemment, pourrait modifier l'infiltration des résidus. Remplir les trous d'échantillons de sol non contaminé ou ne renfermant pas de pesticide lorqu'il est possible de conserver un approvisionnement de ces sols près des parcelles.

Pour faire tenir la tarière bien droite lors de l'enfoncement, la maintenir avec un bâton placé dans l'une des poignées (figure 8). Enfoncer la tarière à l'aide d'une masse de 5 kg jusqu'à ce que la marque supérieure (ligne de profondeur 0 cm) de la tarière touche la surface du sol. Extraire la tarière en tournant et tirant. Lorsque les sols sont soit très secs et meubles, soit très mouillés et cohésifs (par exemple des régions marécageuses), creuser un autre trou à côté de la tarière avant d'extraire la tarière et la carotte de sol. En effet, dans ces régions, la carotte de sol peut tomber ou rester en place à mesure que la tarière est extraite. Un autre trou, creusé suffisamment en profondeur pour permettre d'incliner la tarière et d'y placer un couvercle ou une main pour en couvrir le fond, permettra de retenir en place la carotte. Dans des sols très cohésifs, on peut empêcher la perte de la carotte sous l'effet de la succion en tranchant le sol au fond de la tarière avec une pelle avant de l'extraire. Dans tous les types de sol, l'extraction est facilitée si l'on fait d'abord pivoter la tarière.

La prochaine étape est conçue afin de permettre de présenter une surface propre de tarière aux sacs d'échantillon pour minimiser toute contamination. Nettoyer l'extérieur de la tarière à l'aide d'une brosse et d'une serviette de papier. Dévisser les deux moitiés du cylindre d'échantillonnage. Y coller avec du ruban le papier d'aluminium, en recouvrant l'extérieur contaminé de la moitié inférieure du cylindre (figure 9). Réécrire sur les bouts de ruban les lignes désirées de profondeur (par exemple 0, 5, 15, 30 et 35 cm). S'assurer que le papier d'aluminium et le ruban ne soient pas contaminés en posant la tarière sur une partie propre d'une table de travail recouverte d'un plastique (par exemple la porte de rabattement arrière d'une camionnette ou un établi placé près de la parcelle d'échantillonnage).

Tableau 1. Étiquetage des sacs d'échantillons de sol pour l'analyse des résidus d'herbicide

Emplacement: _____

Herbicide: _____

Taux d'épandage: _____

Numéro de l'échantillon: _____

Date: _____

Noms des responsables: _____

Tableau 2. Feuille de données pour l'échantillonnage de résidus dans les sols dans le cas où il faut séparer les horizons de sol organiques et minéraux

Herbicide: _____

Date de l'échantillonnage: _____

Heure de l'échantillonnage: _____

Numéro de l'échantillon: _____

Emplacement: _____

Noms des responsables: _____

Code de l'échantillon[a]	Horizon	Épaisseur du sol compacté (cm)	Épaisseur initiale correspondante (cm)
1-05H-1	humus		
1-05M-1	minéral		
1-15H-1	humus		
1-15M-1	minéral		
1-30H-1	humus		
1-30M-1	minéral		
1-35H-1	humus		
1-35M-1	minéral		
2-05H-1	humus		
2-05M-1	minéral		
2-15H-1	humus		
2-15M-1	minéral		
2-30H-1	humus		
2-30M-1	minéral		
2-35H-1	humus		
2-35M-1	minéral		

[a] Le premier chiffre du code représente le numéro de la station, la deuxième série, la profondeur et la nature de l'horizon, et la troisième série, le moment de l'échantillonnage (dans ce cas, 1 correspond au premier échantillon prélevé après le traitement).

Tableau 3. **Feuille de données pour l'échantillonnage de résidus dans les sols dans le cas où on n'a pas à séparer les échantillons organiques et minéraux**

Herbicide: _____

Date de l'échantillonnage: _____

Heure de l'échantillonnage: _____

Numéro de l'échantillon: _____

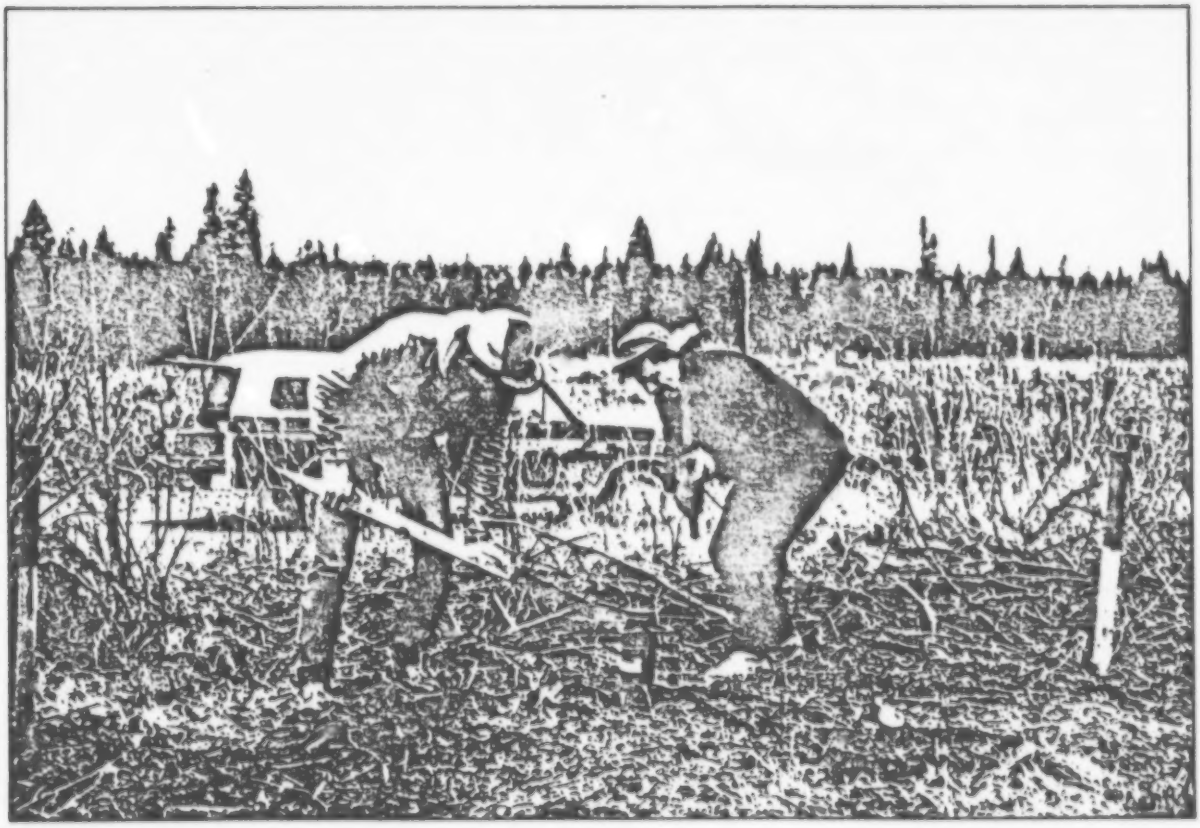
Emplacement: _____

Noms des responsables: _____

Code de l'échantillon[a]	Épaisseur du sol compacté (cm)	Épaisseur initiale correspondante (cm)
1-05-1		
1-15-1		
1-30-1		
1-35-1		
2-05-1		
2-15-1		
2-30-1		
2-35-1		
3-05-1		
3-15-1		
3-30-1		
3-35-1		

[a] Le premier chiffre du code représente le numéro de la parcelle, la deuxième série, la profondeur et la profondeur de l'échantillon, et la troisième série, le moment de l'échantillonnage (dans ce cas, 1 correspond au premier échantillon prélevé après le traitement).

Figure 8. Insertion d'une tarière Campbell.



Après avoir ouvert la tarière à l'aide d'un tournevis, mesurer la compaction du sol et voir où subdiviser la carotte. Les divisions de la carotte doivent être telles qu'elles correspondent aux profondeurs initiales choisies pour cet échantillon. Si le sommet de la carotte de sol est à la ligne de profondeur 0 cm, c'est-à-dire là jusqu'où la tarière a été enfoncée dans le sol, il n'y a pas eu de compaction et les lignes de division sur le ruban sont des divisions appropriées. Si le sommet de la carotte de sol est situé sous la ligne de 0 cm, ou bien la carotte a glissé lors de l'extraction de la tarière, ce qui s'observe généralement seulement dans les sols mouillés ou à l'occasion dans des sols très secs et meubles, ou bien il y a eu compaction du sol, ce qui s'observe généralement là où il y a une épaisse couche organique ou une teneur en gravier élevée. Si la carotte a glissé, rejeter l'échantillon, nettoyer la tarière et recommencer l'opération. Des essais répétés réalisés environ mille fois avec la tarière Campbell indiquent que la compaction est très peu probable dans les sols minéraux (sable, limon et argile). On observe cependant de la compaction dans les humus, la litière de forêt, dans le cas des carottes dont la teneur en gravier est élevée (plus de 50 % en volume) et dans les sols marécageux. Dans les régions boisées normales, l'humus et la litière de forêt expliquent généralement la compaction. Cependant, il faut réaliser plusieurs échantillonnages d'essai avant les échantillonnages expérimentaux au site d'échantillonnage, ou tout près, afin de déterminer le profil de compaction des divers horizons de sol. Si la couche d'humus est trop mince pour expliquer la distance de compaction (soit moins de 100 % de la distance de compaction), la carotte de sol a probablement glissé lors de l'extraction de la tarière. Afin de calculer un facteur de correction qui tiendra compte de la compaction, mesurer d'abord la distance réelle du haut jusqu'au bas de la couche d'humus compactée et l'inscrire sur le ruban à côté de la carotte. Deuxièmement, diviser cette distance par la distance entre la ligne de 0 cm sur la tarière et le bas de la couche d'humus (c'est-à-dire la profondeur de la couche d'humus avant la compaction). Multiplier les profondeurs de l'échantillon d'humus (soit les 5 cm du dessus, ensuite les 10 autres, les 15 autres, etc.) par le quotient et inscrire le résultat sur le ruban, en commençant à la surface de la carotte de sol. Appliquer ce facteur de correction seulement aux couches d'humus et pas aux couches minérales. Sous l'interface humus/sol minéral, utiliser les marques précédemment faites pour diviser l'échantillon. Si l'interface humus/sol minéral ne correspond pas à une division déjà déterminée, deux sous-échantillons devront être réalisés pour cette catégorie de profondeur si l'on veut pouvoir séparer les couches organiques des couches minérales.

Exemple:

Les profondeurs choisies de division de l'échantillon sont: 5, 15, 30 et 35 cm (figure 10). Il faut conserver séparés les échantillons d'humus et les échantillons de sol minéral. L'interface humus/sol minéral est située à 25 cm de profondeur. La surface de la carotte de sol est à 10 cm; la couche d'humus était donc de 25 cm avant compaction mais est maintenant de 15 cm d'épaisseur.

1) 15 cm/25 cm = 0,6

2) multiplier: 0,6 x 5 cm = 3,0 cm à partir de la surface de la carotte est la division supérieure, correspondant à une épaisseur originelle de 5,0 cm.

   0.6 x 15 cm = 9,0 cm; deuxième division à partir de la surface de la carotte.

   0,6 x 25 cm = 15 cm; troisième division à partir de la surface de la carotte.

   Cette dernière division devrait correspondre à l'interface originelle humus/sol minéral. Les quatrième et cinquième divisions correspondent aux lignes de 30 et 35 cm indiquées précédemment sur la tarière. Le tableau 4 illustre comment bien noter les données dans ce cas.

Subdiviser la carotte de sol en inscrivant d'abord les marques de la division qui étaient sur le ruban sur la carotte elle-même. Ces marques de référence sur la carotte sont utiles s'il arrivait que la carotte glisse durant le découpage et la division. À l'aide d'une truelle ou d'un autre instrument coupant, trancher et enlever la couche protectrice de 5 cm du bas; cette couche a été contaminée lorsque la tarière a traversé le sol plus près de la surface qui a, en théorie, des teneurs en résidus plus élevées. La

Figure 9. Installation d'une papier d'aluminium pour protéger la base d'une tarière Campbell.

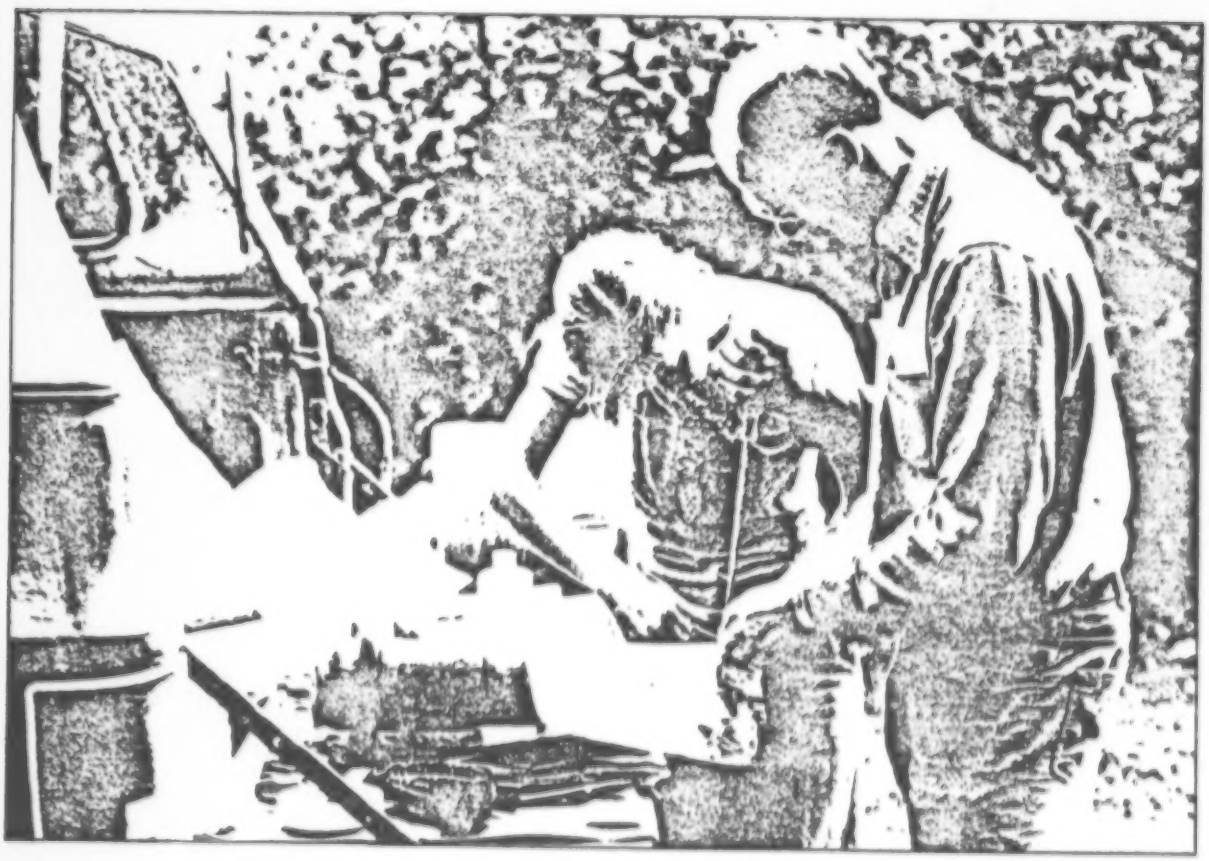


Figure 10. Divisions d'une carotte de sol prélevée à l'aide d'une tarière Campbell.

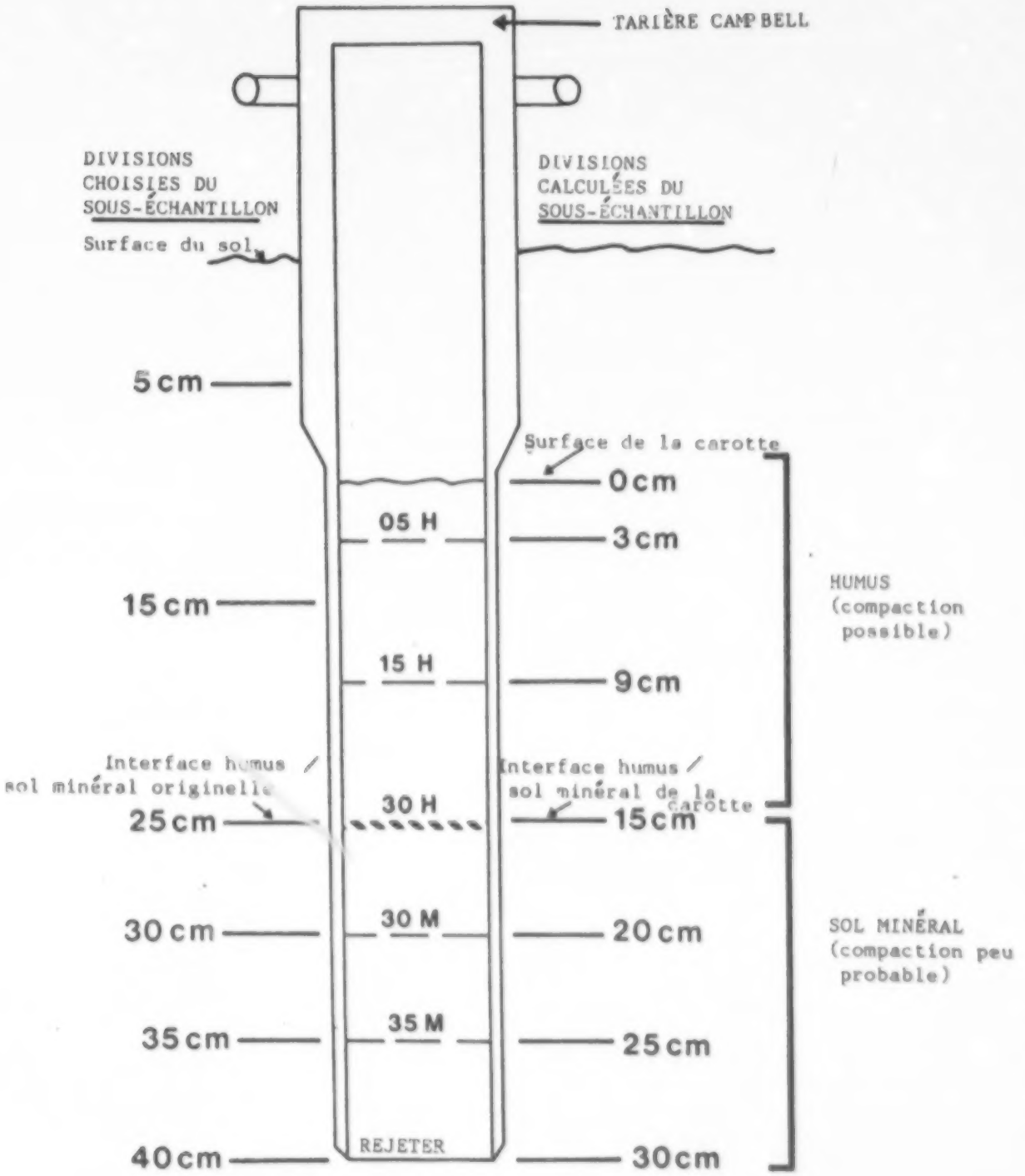


Tableau 4. Données sur l'épaisseur du sol reflétant la compaction du sol par suite de l'insertion d'une tarière Campbell

Code de l'échantillon[a]	Horizon	Épaisseur du sol compacté (cm)	Épaisseur initiale correspondante (cm)
1-05H-1	humus	3,0	5,0
1-05M-1	minéral	---	---
1-15H-1	humus	6,0	10,0
1-15M-1	minéral	---	---
1-30H-1	humus	6,0	10,0
1-30M-1	minéral	5,0	5,0
1-35H-1	humus	---	---
1-35M-1	minéral	5,0	5,0

[a] Le premier chiffre du code représente le numéro de la station, la deuxième série, la nature et la profondeur de l'horizon, et la troisième série, le moment de l'échantillonnage (dans ce cas, 1 correspond au premier échantillon prélevé après le traitement).

truelle qui peut maintenant être contaminée doit être nettoyée avant d'être réutilisée. Un assistant, portant des gants propres en vinyle, glisse un sac préalablement étiqueté sur l'extrémité de la tarière et s'apprête à recevoir le premier échantillon. Étant donné que les moyens techniques nous permettent à l'heure actuelle de détecter des résidus présents même à l'état de trace, il est essentiel qu'aucun objet contaminé ne pénètre dans les sacs d'échantillon ni même n'en touche l'intérieur. Se servir de la truelle pour couper et glisser l'échantillon dans le sac (figure 11). Si une portion de l'échantillon tombe sur la surface propre de la table de travail ou reste à l'intérieur de la tarière, se servir d'un pinceau propre pour ramasser le sol et le mettre dans le sac. Utiliser une brosse distincte, clairement étiquetée, pour chacune des couches à prélever. Ajouter avec soin les portions d'échantillon qui ont collé au couvercle du cylindre d'échantillonnnage. Pour éviter de briser le sac et pour en faciliter la manipulation, il est utile d'enlever l'air avant de le fermer. Mettre les échantillons dans trois sacs par précaution. Répéter le coupage et l'emballage pour chacune des couches d'échantillon tout en se servant de matériel non contaminé dans chaque cas. Grouper tous les sacs provenant d'une même carotte et les placer dans un grand sac étiqueté. Regrouper de plus les échantillons de carotte qui proviennent d'un même endroit dans des sacs en tissu.

Prélèvement et emballage d'échantillons de sol à l'aide d'une tarière à boîte

Là où la tarière Campbell ne convient pas, se servir de la tarière à boîte (page 21). Suivre le calendrier d'échantillonnage décrit pour la tarière Campbell à la page 16. Pour insérer une tarière à boîte (conçue pour l'échantillonnage à une profondeur de 5 ou 10 cm) il faut une force d'impact produite par des coups de masse sur une planche de bois de 2 cm d'épaisseur posée sur la tarière. Enfoncer la tarière à la profondeur indiquée sur le côté. Se servir d'une pelle pour creuser un trou d'accès (30 cm de largeur) le long de deux ou de trois côtés de la tarière. À l'aide d'une truelle plate (plus large que la base de la tarière), couper la colonne de sol en bas de la tarière. S'il est impossible de passer la truelle dans la colonne de sol, nettoyer la tarière et la réinsérer ailleurs.

Soulever la tarière à l'aide de la truelle et verser la carotte de sol dans un sac en plastique préétiqueté. Afin d'empêcher toute intercontamination, placer le sac dans deux autres sacs. Nous recommandons d'utiliser des sacs doublés de vinyle ou de teflon pour transporter des séries d'échantillons.

Expédition et stockage

Faire immédiatement refroidir les échantillons et les faire congeler pas plus de quelques

Figure 11. Subdivision d'une carotte prélevée à l'aide d'une tarière Campbell

heures après les avoir prélevés afin de minimiser toute décompositon microbienne, chimique, photolytique et hydrolytique des résidus d'herbicide. On ne peut donc expédier des échantillons non gelés très loin du lieu de prélèvement. Commencer le refroidissement dès que c'est possible en recouvrant les échantillons de sacs réfrigérants gelés ou de glace placée dans des contenants isolés. Les transporter ensuite à des installations de congelation situées tout près. En cas de stockage prolongé ou d'expédition sur de longues distances, les échantillons doivent être conservés congelés. La dégradation des résidus peut être surveillée en fortifiant des échantillons au site même, si cela est possible, puis en leur faisant subir le même programme (congélation, expédition et emmagasinage) que les autres échantillons.

Il est possible de transporter sur de grandes distances, y compris d'envoyer par avion la nuit, les échantillons sans qu'ils ne dégèlent pourvu que des précautions simples soient prises. Des boîtes réfrigérantes commerciales bien construites ou des boîtes isolées doublées de styromousse de 2,5 cm d'épaisseur permettent de conserver des échantillons gelés pendant 1 à 2 jours selon la température de l'extérieur. Il est important que les échantillons soient bien gelés au départ. Si l'on place une couche de sacs réfrigérants gelés, de glace ou de glace sèche par-dessus les échantillons, la température demeurera près 0° C.

Préparation des échantillons avant l'analyse

Il faut traiter les échantillons de sol avant de les analyser afin de s'assurer d'avoir des sous-échantillons représentatifs. Les échantillons non traités peuvent peser jusqu'à 2 kg alors que l'analyse de résidus ne nécessite que de 10 à 50 g de sol. Il est cependant essentiel de rendre homogène les échantillons avant de procéder au sous-échantillonnage. Il est difficile de préparer un échantillon frais homogène, surtout lorsque la teneur en humidité est élevée ou variable. Il est donc recommandé de faire sécher à l'air les échantillons avant de les mélanger. Il est très important de s'assurer qu'il n'y a aucune perte importante, ni aucune perte légère régulière d'herbicide par suite du séchage à l'air grâce à des essais sur des échantillons dopés parce que certains herbicides perdent parfois des résidus par décomposition ou volatilisation. Le séchage à une teneur en humidité d'environ 5 % peut se faire relativement rapidement (2 à 4 jours) dans une pièce sombre isolée, où la température est d'environ 20° C, qui est équipée d'un système de déshumidification fonctionnant au maximum. Il est important qu'il n'y ait pas de lumière du soleil afin d'empêcher la décomposition photolytique des résidus. Ensuite, le mélange et le tamisage permettront d'obtenir des particules fines ou une poudre qu'on pourra mélanger pour ensuite procéder au sous-échantillonnage.

Afin de traiter d'une manière efficace les échantillons, il faut bien s'organiser. Les techniques de séchage à l'air et de traitement sont les suivantes :

1) Étiqueter les feuilles de données (tableau 5), les plateaux de séchage et les sacs d'échantillons en se servant d'un système de code unique conçu pour faciliter la manipulation efficace des échantillons.
2) Placer d'avance des feuilles propres d'aluminium sur les plateaux de séchage afin d'accélérer la manipulation des échantillons.
3) Peser les échantillons gelés dans les sacs et les étendre sur les plateaux afin qu'ils sèchent.
4) Soustraire le poids des sacs afin d'obtenir le poids total frais des échantillons.
5) Briser les échantillons en morceaux plus fins une fois qu'ils sont dégelés et partiellement séchés (après environ 12 heures dans la pièce de séchage) afin de les rendre plus facilement homogènes ultérieurement.
6) Lorsqu'ils sont secs, mettre tous les échantillons dans des sacs préétiquetés et les peser.
7) Pour obtenir le poids brut sec des échantillons, soustraire le poids du sac.
8) Enlever les roches qui se trouvent dans les échantillons, les gratter pour enlever toutes les particules de sol qui y adhèrent et les placer dans des récipients séparés pour qu'ils soient pesés plus tard. La superficie des roches contribuant à l'adsorption des résidus d'herbicide dans les sols est négligeable par rapport à la superficie des particules de sol plus petites (tableau 6).
9) À l'aide d'un mélangeur Waring à grande puissance en acier inoxydable, pulvériser les sols séchés à l'air.

Tableau 5. Feuille de données pour la préparation des sols

Expérience portant sur les herbicides - Données de l'échantillon

Numéro de l'expérience:_____

Ingrédient actif: _____

Date d'épandage:_____

Numéro de l'échantillon en laboratoire:

Échantillon frais:

Code de l'échantillon:

Date de l'échantillonnage:

Nombre de jour après l'épandage:

Description de l'échantillon :

Poids: Échantillon (g):
Sac (g) :

Échantillon net (g):

Date de préparation:

Séchage à l'air:

Poids: Échantillon (g):
Sac (g):

Échantillon total (g):

Rejet (g):

Échantillon net (g):

Date du mélange:

Initiales du technicien:

Teneur en humidité (%):

10) Tamiser les sols mélangés à travers un tamis de 2,00 mm muni d'un couvercle et d'un plateau de récolte. Nous avons choisi le tamis 2 mm parce qu'il correspond au diamètre maximal des particules qui composent, par définition, un sol minéral (tableau 6).

11) Mélanger encore (2 minutes) la portion de l'échantillon restée dans le tamis et la portion tamisée. Se servir d'une spatule pour briser les mottes de sol s'il en reste.

12) Lorsqu'il n'y a plus de mottes qu'on peut briser dans le tamis, prendre les échantillons de sol dans les plateaux de récolte et les placer dans des sacs préétiquetés; mettre le gravier dans les récipients de rebuts appropriés.

13) Peser le gravier et les roches amassés dans les récipients de rebuts et soustraire le poids obtenu du poids sec brut afin d'obtenir le poid net séché à l'air de chacun des échantillons.

14) Avant de passer à un autre échantillon, laver les tamis et les récipients du mélangeur dans des solvants appropriés et dans l'eau.

Il est recommandé d'effectuer des préparatifs avant l'analyse dans un laboratoire de terrain bien équipé dans les cas où on prévoit que l'expédition des échantillons se fera sur de longues distances ou pas avant de nombreuses heures. Le traitement des échantillons au laboratoire de terrain comporte plusieurs avantages:

1) On obtient une meilleure protection contre la dégradation des résidus par le séchage à l'air immédiat des échantillons, comparativement au stockage d'échantillons frais gelés.

2) Les installations de congélation ne sont plus nécessaires. Cependant, lorsqu'il doit y avoir stockage prolongé avant l'analyse des résidus, réfrigérer les échantillons séchés à l'air afin de mieux les protéger.

3) Les équipes de travail sur le terrain devraient consacrer les périodes séparant les échantillonnages au traitement des échantillons recueillis.

4) La grosseur et le poids des échantillons est diminué, ce qui est un avantage pour l'expédition.

Calcul des résidus d'herbicide dans les sols

La nouvelle méthode de calcul des résidus d'herbicide dans les sols, permettant d'obtenir la valeur en µg/mL de sol ou en kg/ha plutôt qu'en µg/g de sol comme cela ce faisait auparavant, permet des comparaisons directes avec les taux d'application d'herbicide (kg/ha) et avec les données de phytotoxicité (µg/mL) obtenues grâce aux études réalisées en serre. Lorsque les résultats de l'analyse sont disponibles (µg/g de sol), les transformer en kg/ha ou en µg/mL (mg/L) de la manière suivante:

Tableau 6. Classification des particules de sol et superficies calculées

	Classification USDA (Briggs, 1904)			Classification internationale (Lyons et collab., 1952)		
Nom usuel	Limite supérieure du diamètre (mm)	Superficie totale (cm^2/mL)	(cm^2/g)[a]	Limite supérieure du diamètre (mm)	Superficie totale (cm^2/mL)	(cm^2/g)[a]
Sable très grossier	2,00	30	11,3			
Sable grossier	1,00	60	22,6	2,0	30	11,3
Sable moyen	0,50	120	45,2			
Sable fin	0,25	240	90,4	0,2	300	113
Sable très fin	0,10	600	226			
Limon	0,05	1 200	452	0,02	3 000	1 130
Argile	0,002	30 000	11 300	0,002	30 000	11 300
Cailloux rejetés	20	3	1,13	20	3	1,13
	10	6	2,26	10	6	2,26

[a]Les calculs sont basés sur une densité moyenne de 2,65 pour un sol minéral (Robinson, 1949).

1) L'échantillon de sol provient d'une superficie déterminée (A cm^2) et d'une profondeur connue (D cm).

2) Le poids de toute la carotte est W (g).

3) Le résidu d'un aliquot d'échantillon de sol pesé (analyse des résidus) est donné en ppm (µg/g).

4) La densité relative de l'échantillon B (g/cm^3) = W (g)/[A (cm^2) x D (cm)]

5) Pour transformer des µg/g en kg/ha :
pm (µg/g x W (g) /A (cm^2) x 10- 9 kg/µg x 10^8 cm^2/ha = (ppm x W) /(A x 10) (kg/ha)

6) Pour transformer des µg/g en g/mL (ou mg/L):
ppm (µg/mL) = ppm (µg/g) x B (g/cm^3)

7) Pour transformer des µg/mL en kg/ha:
kg/ha = ppm (µg/mL) x D cm / 10.

Une description en détail du protocole pour le calcul des résultats dans d'autres domaines des études des herbicides (par exemple description du site et format des données) a été préparée par la Division des pesticides, SPE (1985).

Résidus d'herbicide dans le feuillage et la litière

Portée

Nous décrivons ici la technique de récolte des échantillons de feuilles et de litière à des intervalles de temps choisis. Nous traitons plus particulièrement de la mise en place des filets de récolte et des méthodes de prélèvement, d'emballage, d'expédition et de stockage des échantillons.

Résumé

Des techniques d'étude de la persistance des résidus d'herbicide dans les feuilles et la litière ont récemment été mises au point. L'herbicide intercepté par les feuilles après épandage sur les feuilles à l'automne peut persister et tomber sur le sol de la forêt pour former de la litière. Bien que les méthodes classiques d'échantillonnage initial des feuilles avant et immédiatement après l'épandage d'herbicide soient toujours appropriées, les techniques de récolte de litière durant la sénescence ont été améliorées. Les mailles de récolte décrites servent à élever la litière, empêchant la contamination des feuilles par des résidus présents sur le sol de la forêt. La taille de la surface de récolte n'est pas limitée et peut facilement être agrandie dans le cas de parcelles dont les densités de feuille sont faibles, afin de pouvoir obtenir une taille d'échantillon renfermant au moins 100 g de résidu. En effet, pour réaliser l'analyse des résidus, les sous-échantillons doivent peser entre 20 et 50 g.

Les valeurs des résidus dans le feuillage et la litière sont données en poids/poids (ppm).

Équipement et matériel

L'équipement et le matériel nécessaires pour l'échantillonnage des feuilles et de la litière sont les suivants:

1) Marteau
2) Hache
3) Couteau
4) Scie à chaîne
5) Boîtes d'expédition isolées (voir page 8)
6) Sacs réfrigérants, glace ou glace sèche
7) Pieux de bois (4 sur 4 sur 60 cm)
8) Clous à tapis
9) Filet de nylon à mailles de 2 mm (60 à 80 cm de largeur)
10) Corde
11) Sacs en plastique (36 sur 53 cm)
12) Marqueurs
13) Gants de vinyle

Préparatifs pour l'échantillonnage de feuillage et de litière

Il faut choisir les parcelles de manière à ce qu'elles comportent une représentation adéquate des espèces d'herbes à étudier. Délimiter des parcelles pour la récolte de feuillage et d'autres pour la récolte de litière. Pour la récolte de litière, installer des filets en mailles de nylon après application d'herbicides afin de minimiser le potentiel de contamination des échantillons. Ces filets sont faciles à installer sans toucher à la végétation cible lorsque celle-ci est très élevée. Cependant, lorsque l'espèce cible forme

un couvert bas, l'installation du filet devrait précéder l'application afin d'éviter de perturber la végétation traitée. En vue de préserver la représentativité des échantillons, ne pas choisir des parcelles tout près des limites des unités de traitement.

Enlever toutes les espèces non cibles des parcelles. Choisir des parcelles pour la récolte de feuillage (comportant l'enlèvement d'arbres) séparément de manière à ce qu'il y ait un couvert dense au-dessus des parcelles à litière. Dans le cas de la récolte de litière, accrocher les filets à des pieux de manière à ce qu'ils soient à au moins 10 cm au-dessus de la surface du sol (figure 12), soit au-dessus des brindilles, racines ou débris. Dans les parcelles où l'étage dominant est dense, installer les filets en bandes de plus de 10 m et prévoyer des allées entre ces bandes. En région de broussailles, faire passer le filet autour des tiges en le coupant pour en faire une bande droite; les bouts coupés seront attachés avec de la corde (figure 13). Dans les zones où le couvert est bas et où les filets sont installés avant l'application d'herbicide, il serait bon de les protéger avec des feuilles en plastique durant l'épandage lorsque cela est possible. Enlever ces feuilles de protection environ 2 à 3 heures après l'application d'herbicide, c'est-à-dire lorsque l'herbicide a bien séché sur les feuilles. Si l'on n'utilise pas de feuilles de protection, enlever toutes les feuilles du filet immédiatement avant l'application d'herbicide afin d'empêcher la dilution des résidus dans les échantillons subséquents attribuable à la présence de matière non traitée.

Échantillonnage et emballage du feuillage et de la litière

Le programme d'échantillonnage choisi doit prévoir la sénescence des feuilles en automne. Prélever des échantillons à des intervalles de 2 à 3 semaines aussi tard que possible dans la saison, en terminant lorsque la quantité d'échantillons de litière est insuffisante pour permettre l'analyse (moins de 100 g en poids sec).

Le prélèvement d'échantillons de feuillage un peu avant l'épandage aérien d'herbicide exige généralement la cueillette de feuilles vivantes directement sur la végétation. Dans les régions où les espèces cibles font partie d'un couvert élevé, l'échantillonnage est facilité si l'on coupe un arbre représentatif. Pour les échantillons au temps zéro, attendre une période suffisamment longue pour permettre à l'herbicide de sécher sur le feuillage (0,5 - 1 heure) avant d'abattre l'arbre. Prélever un mélange de feuilles provenant du sommet, du centre et de la base du houppier.

Il faut prendre des précautions afin d'empêcher la contamination des échantillons de feuillage et de litière. Porter des gants de vinyle propres pour le prélèvement de chacun des échantillons de répétition. Se servir de sacs doubles afin d'empêcher les trous possibles et la contamination au site. Replier le sac extérieur vers l'intérieur du sac intérieur afin d'éviter que n'y touchent les manches ou autre matériel. Après le prélèvement, jeter le sac extérieur, le remplacer par deux autres sacs propres et enlever l'air des sacs avant de les fermer. Il est nécessaire de mettre les échantillons dans trois sacs afin de réduire tout bris possible et toute intercontamination subséquente durant le transport. Refroidir les échantillons immédiatement après et les faire congeler pas plus de quelques heures après les avoir prélevés.

Expédition et stockage

Les techniques d'expédition et de stockage sont semblables à celles qui ont été décrites à la page 8.

Remerciements

Un appui financier et des ressources humaines pour les études menant à la mise au point de techniques d'échantillonnage ont été fournis par le Service canadien des forêts (SCF), notamment par l'Institut pour la répression des ravageurs forestiers (IRRF) et le Centre de foresterie du Pacifique (CFP), par le biais de l'accord de développement des ressources forestières avec la Colombie-Britannique, par le SCF – Maritimes, ainsi que par le ministère des Forêts de la Colombie-Britannique (MDFC-B), le ministère ontarien des Ressources naturelles (MORN), et Monsanto et Dupont. La tarière Campbell utilisée dans le cadre de ces études a été conçue, construite et donnée par R. Campbell (MORN). D'autres personnes ont contribué à la mise au point des techniques d'échantillonnage, dont: D. Embree et J. Conrad (SCF – Maritimes), H. Benskin, J. Pollack, B. D'Anjou et F. Pendl (MDFC-B), J.F. Manville (CFP), D. DeKoven

Figure 12. Parcelle pour la récolte de résidus dans de la litière de saule et d'aulne.

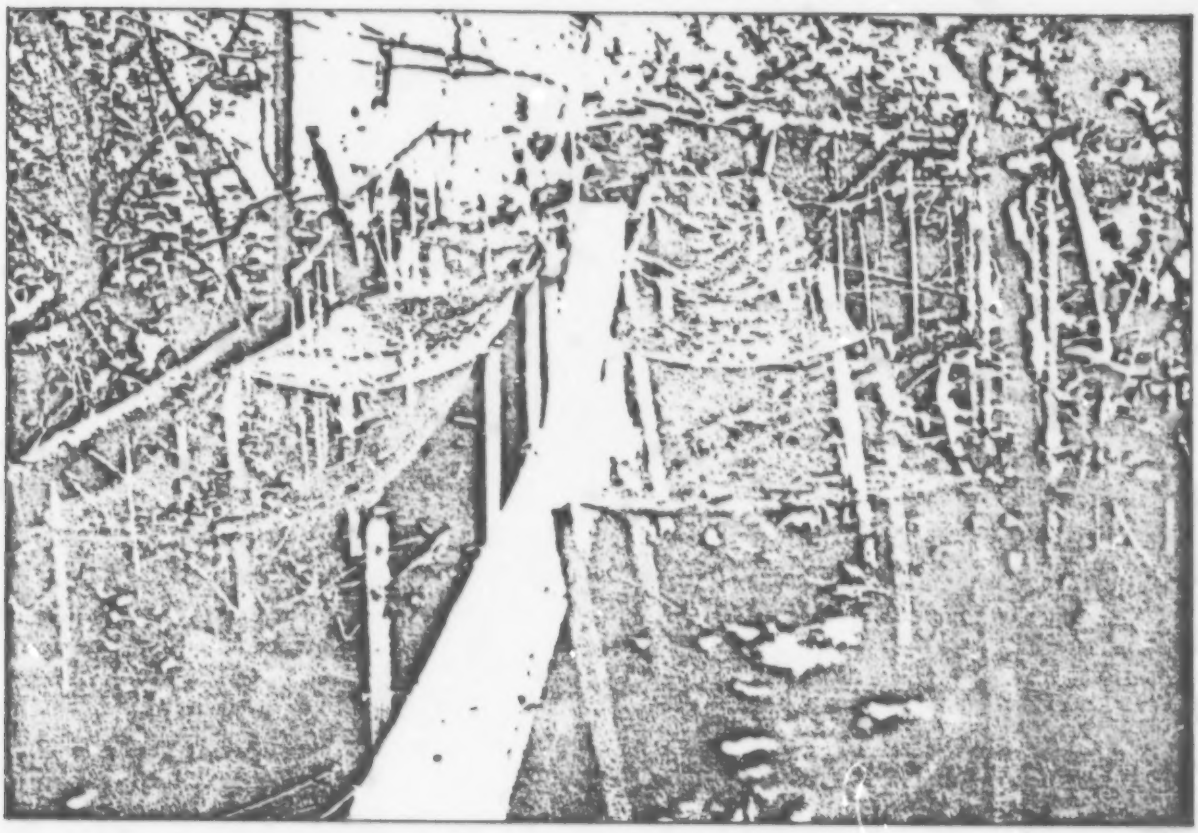


Figure 13. Parcelle pour la récolte de résidus dans de la litière de ronce remarquable.

(V.A. Poulin and Assoc. Ltd.), N. Payne, B. Staznik, P. Kingsbury, P. Reynolds et R. Prasad (IRRF), D.N. Roy (Université de Toronto), G. Stephenson et K. Solomon (Université de Guelph), W.A. Sexsmith (Environnement, Nouveau-Brunswick), C. McIntosh et A. Brown (Dupont), et J. Cowell et D. Duncan (Monsanto). Les auteurs[1] désirent souligner le service excellent fourni par l'équipe de traitement de textes de l'IRRF.

Ouvrages de référence

Amchem. 1972. Aerial drift control with the MICROFOIL boom. Amchem Products, Inc., Tech. Serv. Data Sheet 1/72, Ambler, Pa.

Apperson, C.S.; Leidy, R.B.; Eplee, R.; Carter, E. 1980. An efficient device for collecting soil samples for pesticide residue analysis. Bull. Environ. Contam. Toxicol. 25: 55-58.

Bannink, D.W.; Poelstra, P.; Frissel, M.J. 1977. An installation for transport and accumulation studies on undisturbed soil columns under controlled conditions. Neth. J. Agric. Sci. 25: 126-133.

Barring, U.; Torstensson, U. 1983. An example of the mobility of hexazinone on a slope. Swedish Weed Conf. 24: 311-325.

Briggs, L.J. 1904. The centrifugal méthod of soil analysis. U.S. Dept. Agric. Bureau Soils, Bull. 24.

Brown, G.W. 1980. Forestry and water quality. Oregon State University Book Stores Inc., Corvallis, Ore.

Cline, M.G. 1945. Methods of collecting and preparing soil samples. Soil Sci. 59: 3-5.

Coile, T.S. 1936. Soil samplers. Soil Sci. 42: 139-142.

Harrington, K.C.; Rolston, M.P.; Ivens, G.W. 1982. Movement of hexazinone spots applied to hill slopes. Pages 162-165 *in* Proc. 35th N.Z. Weed and Pest Control Conf.

Hormann, W.D.; Karlhuber, B.; Ramsteiner, K.A.; Eberle, D.O. 1974. Soil sampling for residue analysis. Pages 129-140 *in* Proc. Eur. Weed Res. Com. Symp. Herbicides-Soil, 1973.

Kieley, K.M.; Ernst, W.R. 1984. An assessment of the potential for drift during forestry herbicide use. Environ. Prot. Serv. Atlantic Region. EPS-5-AR-84-3.

Lyon, T.L.; Buckman, H.O.; Brady, N.C. 1952. The nature and properties of soils. 5th edition. The MacMillan Co., New York.

Neary, D.G.; Bush, P.B.; Douglass, J.E. 1983. Off-site movement of hexazinone in stormflow and baseflow from forest watersheds. Weed Sci. 31: 543-551.

Newton, M.; Howard, K.M.; Kelpsas, B.R.; Danhaus, R.; Lottman, C.M.; Dubelman, S. 1984. Fate of glyphosate in an Oregon forest ecosystem. J. Agric. Food Chem. 32: 1144-1151.

Pesticides Division, EPS. 1985. Protocol for small-scale plot studies adapted from R-1-222 (Agriculture Canada, R-1-222. Guidelines for determining environmental chemistry and fate of pesticides). EPS, Environment Canada, Ottawa, Ont.

Peter, C.J.; Weber, J.B.; 1985. Adsorption and efficacy of Trifluralin and Butralin as influenced by soil properties. Weed Sci. 33: 861-867.

Pledger, D.J. (date not given). A sampling manual for he bicide residues. Alberta Environ., Pollution Contr. Div., Pesticide Chem. Br., Edmonton, Alta.

Robinson, G.W. 1949. Soils - their origin, constitution and classification. 3rd edition. Thomas Murby and Co., London.

Rother, J.A.; Millbank, J.W. 1983. Implications of soil sampling methods for the acetylen-reduction assay as a measure of nitrogen-fixing potential. Soil Biol. Biochem. 15 (3): 379-380.

---

1. Adresses actuelles des auteurs: Joseph Feng, Research Scientist, Northern Forestry Centre, 5320-122 Street, Edmonton, Alberta T6H 3S5. – Herbert Klassen, Senior Technician, V.A. Poulin & Associates Ltd., 2153 West 46th Ave., Vancouver, B.C. V6M 2L2.

Rueppel, M.L.; Brightwell, B.B.; Schaefer, J.; Marvel, J.T. 1977. Metabolism and degradation of glyphosate in soil and water. J. Agric. Food Chem. 25 (3): 517-528.

Sieczka, J.B.; Gutenmann, W.H.; Lisk, D.J. 1982. A soil sampling method for use in pesticide leaching studies. Bull. Environ. Contam. Toxicol. 28: 358-359.

Smith, A.E.; Hsiao, A.I. 1985. Transformation and persistence of Chlorsulfuron in prairie field soils. Weed Sci. 33: 555-557.

USDA. 984. Analysis of spray deposit cards sensitive to nondyed mixtures. USDA For. Serv., Equip. Devel. Centre, Missoula, Mont.

Wilson, L.E.; Lavy, T.L. 1975. Injecting and sampling equipment for studying mobility of pesticides in a soil profile. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. 39: 1009-1011.